

# **EXHIBIT 87**

CONFIDENTIEL

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**SAMPLE N° 825429**

**REANALYSIS**

## LIST OF CONTENT

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>	<b>pages 1-4</b>
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>	<b>pages 5-87</b>
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 825429 for each fraction	34
4-3 Data on Instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 825429 for each fraction	56
5-3 Data on instrument performances	68
5-4 Result form	86
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°30207</b>	<b>page 88</b>

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
		<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>

Date de l'analyse de contrôle : 16/04/07

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

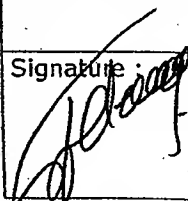
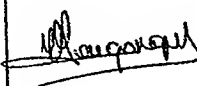
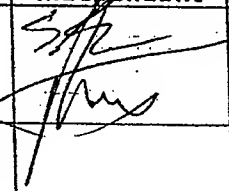
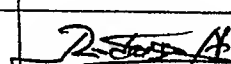
**Demande :**

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 825429

Nature du milieu biologique : urine

**Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :**

Laboratoire		Témoin indépendant	Expert	Autres
Nom :	Corinne Buisson	Nangouy Cynthia		USA DA
Signature :				

**Chaîne de détention interne :**

Lieu de déstockage : Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n° 5

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☒ +4°C ☐

Destockage des flacons : A ☐ B ☐

Date : 16/04/07 Heure : 9 h 30 Opérateur : 49/10

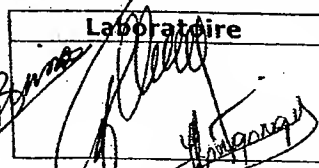
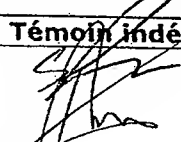

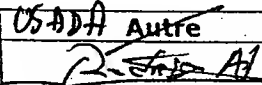
**Vérification de l'identification :**

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A 825429

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☒ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	USA DA Autre
			

<b>a f l d</b> Département des analyses	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

**Ouverture du scellé :**

Date : 16./04./07. Heure : 11 h.....10 Opérateur : 49

Localisation : salle n° 004

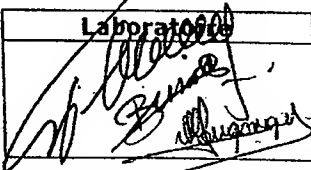
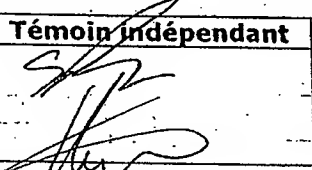
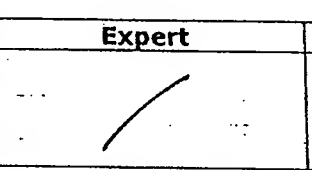
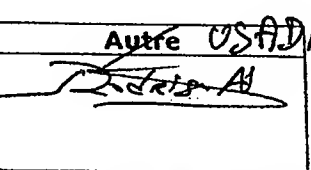
N° du flacon : A.825.429

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Volume : 4.0 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

**Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			

**Remise sous scellé :**

Oui ☒

Non ☐

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

Système : Versapak ☐ Berlinger ☐ Autre ☐ .....

N° de flacon : ..... N° de scellé : .....

Volume restant : .....

Lieu de stockage Chambre froide ☐ Congélateur ☐ n°.....

Conditions de stockage -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☐

**Stockage de la remis sous scellé**

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

**Validation de la remise sous scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES FLACONS A ET B

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
		-	-

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825429

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007 11h10	49	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
16/04/2007 11h15	49	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825429

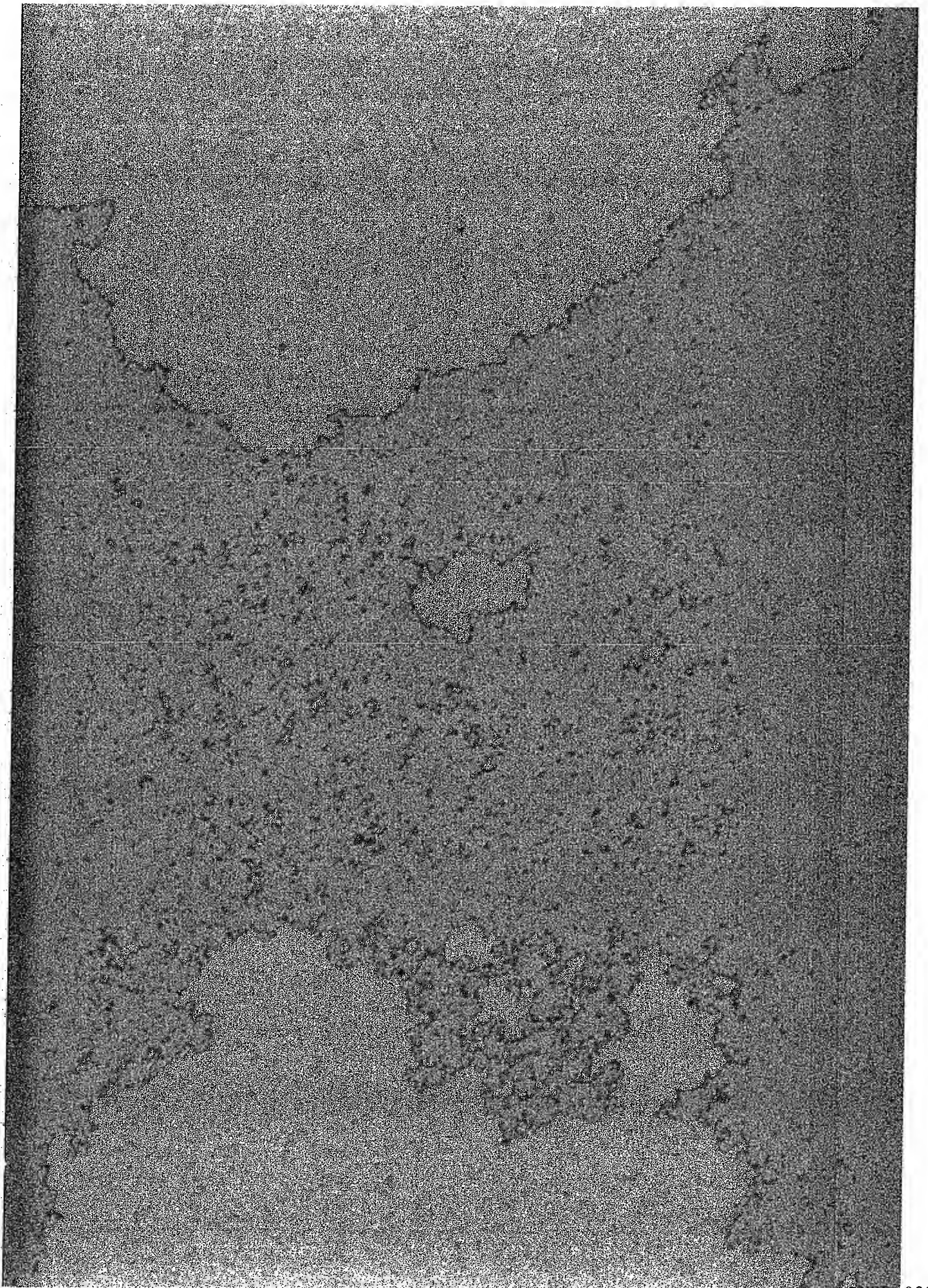
Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
16/04/2007 11h30	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
17/04/2007 9h20	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
17/04/2007 14h56	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
17/04/2007 17h40	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
17/04/2007 19h07	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Origine exogène des métabolites de la Testostérone

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.





LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
<b>FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES</b>		
<b>ECHANTILLON</b>		
N° de laboratoire :		N° échantillon : <b>A 825429</b>
Produit(s) confirmé(s) :	<b>Analyse isotopique <sup>13</sup>C / <sup>12</sup>C</b>	
pH mesuré en conf :	<b>5,6</b>	Densité affichée en conf : <b>1,021</b>
		Réfractomètre n° : <b>2</b>
		* Densité corrigée : <b>1,023</b>
<b>CONFIRMATION QUALITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC 31</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX- 24</b>	Version : <b>C</b>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN- 41/52</b>	Version : <b>B / A</b>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/> CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/> Cytométrie <input type="checkbox"/>
<b>CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX-</b>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/> CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<input type="text"/>	
* Concentration corrigée :	<input type="text"/>	
<b>CONFIRMATION QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/> - IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<input type="text"/>	
* Seuil corrigé :	<input type="text"/>	
<b>DEPISTAGE RAPIDE</b>		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <b>49</b>	Code opérateur du responsable : <b>10</b>	
Date et paraphe : <b>18/04/07</b>	Date et paraphe : <b>18/04/07</b>	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	 <b>5</b>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :		

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation*

\* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

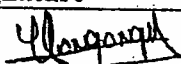
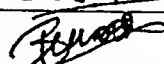
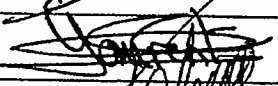
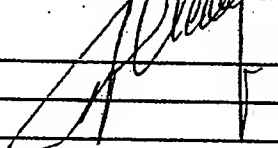
- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :  
un blanc urinaire  
un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : <b>I-CONF-31</b> Version : <b>D</b> Date : 17/01/2006 2 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

**Opérations**

**Matériel**

**Réactifs et produits**

Prise d'essai selon I-VOL-01  
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Biohit 1-5ml  
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube  
préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg  
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate  
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de  
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck  
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans  
tubes préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg  
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le  
19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5  
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β-glucuronidase  
Chambre froide à +4°C

**CONFIDENTIEL**

Azote

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

### Opérations

### Matériel

### Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :  
Mettre de côté un tube sec  
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur  
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur.

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine  
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner  
Vortex

Pyridine desséchée  
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale  
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

Dérivier le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C  
ou  
Portoir à tubes sous hotte

**CONFIDENTIEL**

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile  
Agiter 10 secondes  
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure  
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml  
Cônes Biohit  
Vortex

Acétonitrile  
Eau ultrapure

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg  
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions  
F1 (environ 2h00)  
F2 (environ 1h30)  
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

9

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### Traitement des fractions F1, F2 et F3

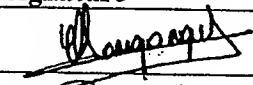


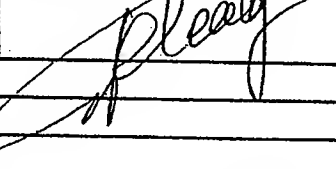
Opérations	Matériel	Réactifs et produits
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

**CONFIDENTIEL**

### Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf. I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1  
Echantillon 1  
Blanc urinaire 2  
Echantillon 2  
...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

12



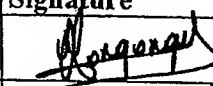
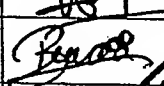

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### 3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

14

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1  
Blanc urinaire 1 tube 2  
Blanc urinaire 1 ....  
Echantillon 1 tube 1  
Echantillon 1 tube 2  
Echantillon 1 ....  
Blanc urinaire 2 tube 1  
Blanc urinaire 2 tube 2  
Blanc urinaire 2 ....

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Echantillon 2 tube 1

Echantillon 2 tube 2

Echantillon 2 ....

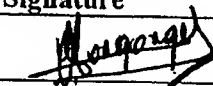
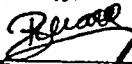
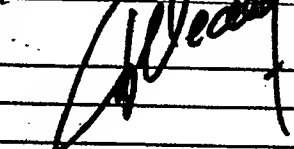
Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

### 3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

# **1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :**

Voie 1 : Méthanol  
 Voie 2 : H<sub>2</sub>O (ultrapure)  
 Voie 3 : Acétonitrile  
 Voie 4 : Rien  
 Voie 5 : Rien  
 Voie 6 : Rien  
 Voie 7 : Rien  
 Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

**CONFIDENTIEL**

# **2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :**

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
 Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes élués.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

18

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

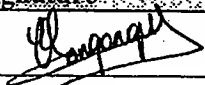
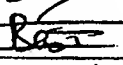
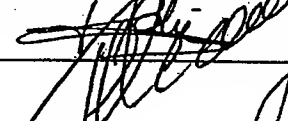
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

**CONFIDENTIEL**

### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

20



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 265429

Sexe :

M

F

Mis à l'ambient de l'échantillon :

Date :

16/04/07

Heure :

9h30

Prise d'essai :

Volume :

34 mL

Heure :

11h15

Paraphe :

*[Signature]*

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	16/04/07	pHmet n° : 7	21,5	5,61	<i>[Signature]</i>
Densité	16/04/07	Refract n° : 2		1,021	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1,024

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :

*[Signature]*

#### Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	16/04/07	11h30		Rapid Trace : RT120	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		13h10		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	16/04/07	13h10	14h05	Bain à sec (BSE) : 521	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	16/04/07	14h10		Code du tampon : T060207-01	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		15h15	DLU* de la βGlu : 16/05/07	
				Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	16/04/07	15h35		Rapid Trace : RT120	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		17h35		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

\*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		





Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	16/04/07	17h40	18h40	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Acétylation	16/04/07	18h45		DLU* Anhydride acétique : 11/2008 DLU* Pyridine : 10/2007	
	17/04/07		9h20	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	17/04/07	9h20	9h50	Bain à sec (BSE) : S21	
Troisième extraction	17/04/07	10h00		Rapid Trace : RT120	
	17/04/07		11h30		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Evaporation	17/04/07	11h30	13h35	Bain à sec (BSE) : N4	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER 1	
Ajout SI	17/04/07	13h35		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	
Mise en vial	17/04/07		13h50	0048	
Evaporation	17/04/07	13h50		Bain à sec (BSE) : S21	
	17/04/07		14h10		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER 1	

#### Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	20	20	20
Volume hexane (µl)	100	100	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	17/04/07	14h15			
Injection CG/MS	17/04/07	14h20		MSD 222	
	17/04/07		17h40		
Ajout du SI si nécessaire	17/04/07	17h40		Code du SI (200ng/μL) : H67-0048	
Evaporation	17/04/07	17h45	17h55	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	6	40	2
Volume final hexane (μl)	80	450	20

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Repense par Hexane	17/04/07	18h00			
Injection GC/C/IRMS	17/04/07	18h05		ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

### 1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

Opérations	Matériel	Réactif et produits
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

CONFIDENTIEL

### 2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/CIRMS:

Opérations	Matériel	Réactif et produits
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	


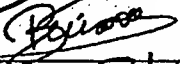
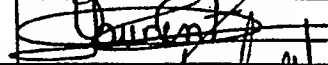
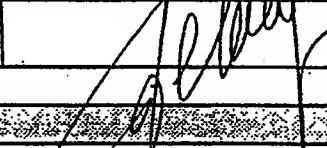
APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

25

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 2 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

**CONFIDENTIEL**

26



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

### COLONNE

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732  
Longueur: 30m  
Diamètre interne: 0.25mm  
Epaisseur du film: 0.25µm

### INJECTION

Mode: Splitless (insert splitless)  
Température injecteur: 280°C  
Volume injecté: 1µl  
Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile  
Solvant B: Hexane

### CONDITIONS GC:

Température initiale: 70°C pendant 1 min  
Gradient de température: 70→270°C à 30°C/min  
270°C pendant 12 min  
270→300°C à 10°C/min  
300°C pendant 3 min  
Température finale: 25.67 min  
Temps d'analyse: 0.5 min  
Temps d'équilibrage de la colonne: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)  
Pression constante: 300°C  
Température de la ligne de transfert

### CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min  
Température quad: 150°C  
Température Source: 230°C  
Fichier tune: Autotune  
Mode d'acquisition: Full scan 50-550 uma

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le

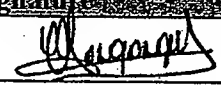
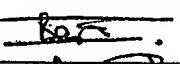
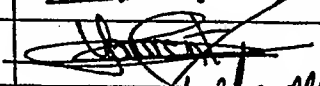
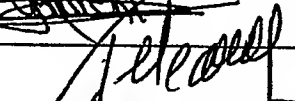
28 OCT. 2005

CONFIDENTIEL

27



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

28

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2007\Avril07\1704.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1704\

Top Pre-Seq Cmd:  
Instrument Control Pre-Seq Cmd:  
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:  
Instrument Control Post-Seq Cmd:  
Data Analysis Post-Seq Cmd:

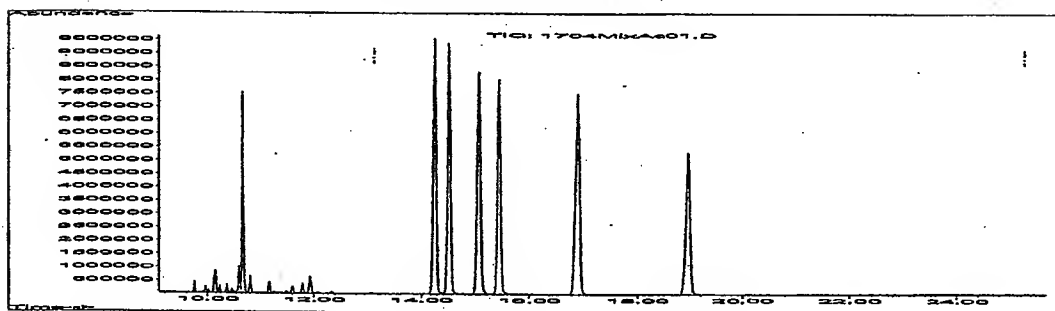
Method Sections To Run On A Barcode Mismatch  
(X) Full Method (X) Inject Anyway  
( ) Reprocessing Only ( ) Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	1704MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Calibration	2
	Datafile	1704MixAc02
	Method	MAN_52
3)	Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4 429F3 MAN_52 A 825429 F3
5)	Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6 429F2 MAN_52 A 825429 F2
7)	Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8 429F1 MAN_52 A 825429 F1
9)	Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10 855F3 MAN_52 A 993855 F3
11)	Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12 855F2 MAN_52 A 993855 F2
13)	Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14 855F1 MAN_52 A 993855 F1

Séquence vérifiée par : .....

Remarques : .....

Data File Name 1704MixAc01.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril\07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 12:09  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	9,977,130
Etiocholanolone AC	14.27	1.338	272	18,297,596
Androsterone AC	14.52	1.362	272	29,767,014
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.09	1.415	256	16,689,454
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.45	1.449	316	21,305,876
11 KetoEtiocholanolone AC	16.93	1.588	271	21,622,326
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.98	1.780	284	19,248,195

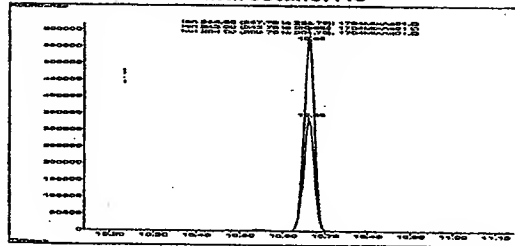
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	10,748,299	107.7
Etiocholanolone AC	257	11,893,710	65.0
Androsterone AC	257	13,006,110	43.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	15,098,986	90.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,858,046	60.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,111,358	88.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,083,034	57.6

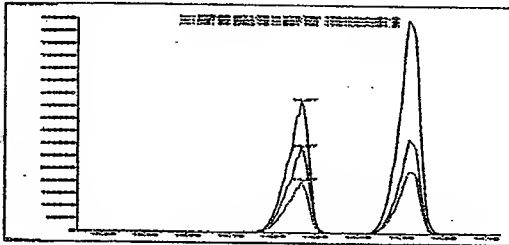
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	5,955,429	59.7
Etiocholanolone AC	201	7,157,754	39.1
Androsterone AC	218	9,002,973	30.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,050,864	78.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	10,562,871	49.6
11 KetoEtiocholanolone AC	286	12,698,737	58.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,299,916	27.5

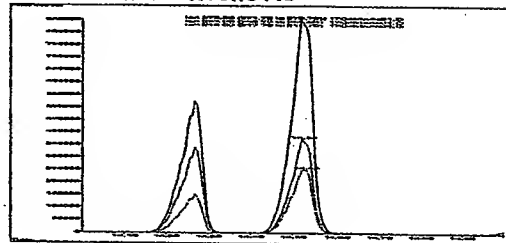
5a Androstanol AC



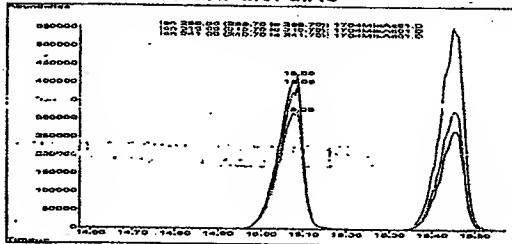
Etiochoanolone AC



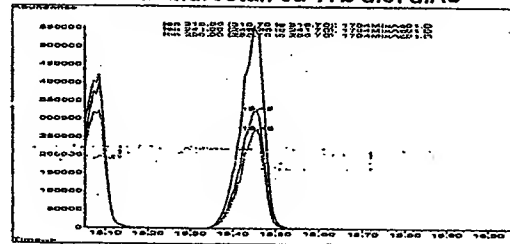
Androsterone AC



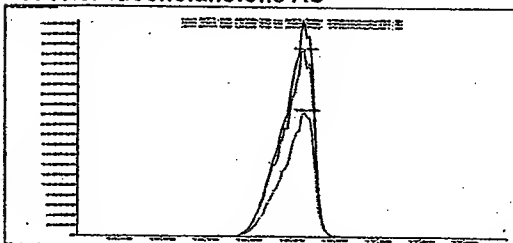
5b Androstan 3a 17b diol diAC



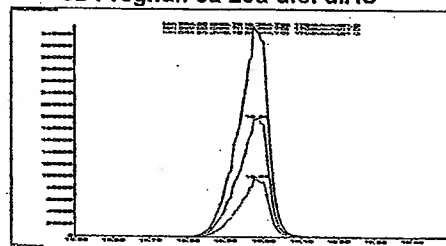
5a Androstan 3a 17b diol diAC



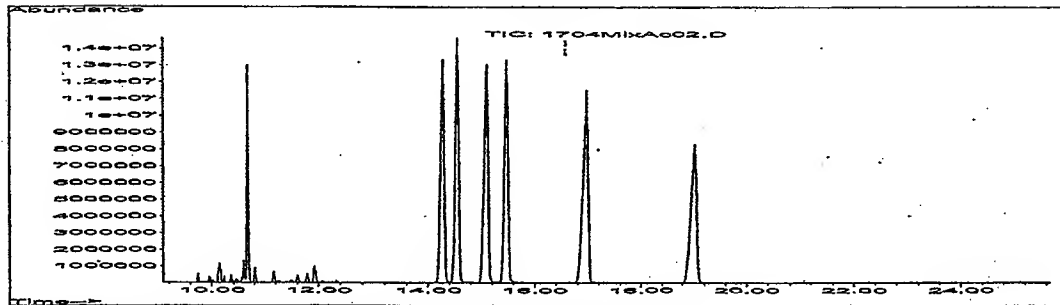
11 KetoEtiochoanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 1704MixAc02.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 12:41  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 100  
 Vial Number 2  
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	17,579,473
Etiocholanolone AC	14.30	1.341	272	32,515,972
Androsterone AC	14.57	1.366	272	53,477,542
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.12	1.417	256	30,247,564
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.49	1.452	316	37,958,113
11 KetoEtiocholanolone AC	17.00	1.593	271	38,738,751
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.785	284	34,948,652

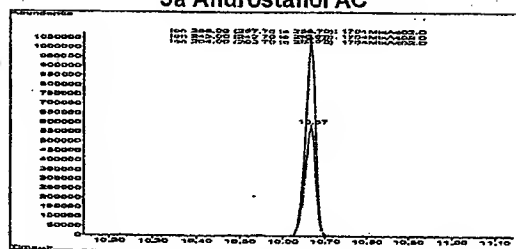
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	18,797,440	106.9
Etiocholanolone AC	257	20,864,432	64.2
Androsterone AC	257	23,262,664	43.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	26,763,623	88.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,487,575	61.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	34,778,399	89.8
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,127,725	57.6

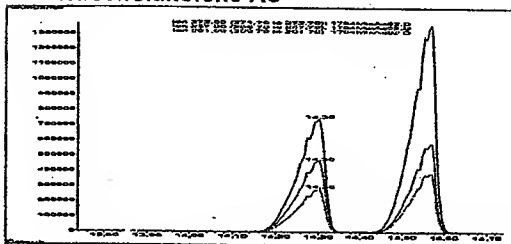
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	10,429,707	59.3
Etiocholanolone AC	201	12,655,119	38.9
Androsterone AC	218	16,549,824	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,693,756	78.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	19,503,219	51.4
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,820,632	58.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	9,642,356	27.6

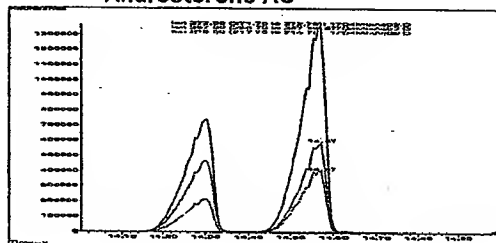
5a Androstanol AC



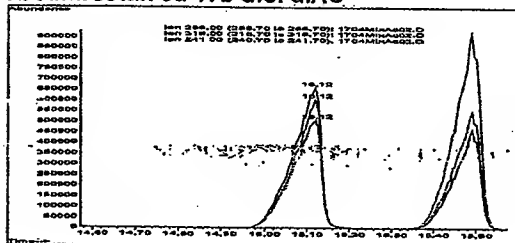
Etiocholanolone AC



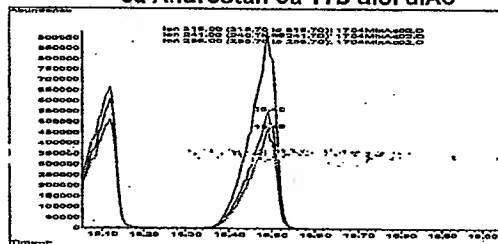
Androsterone AC



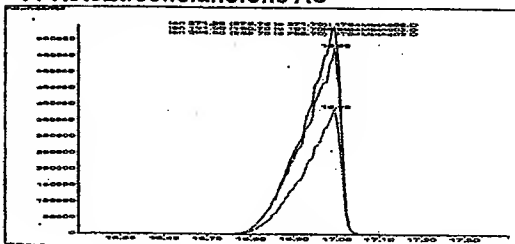
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



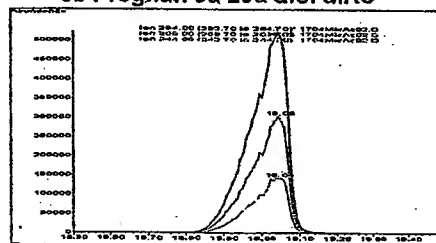
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



D:\Ms22\2007\Avril07\1704\Blu1F1.D

Data File Name Blu1F1.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1704\

Operator 49

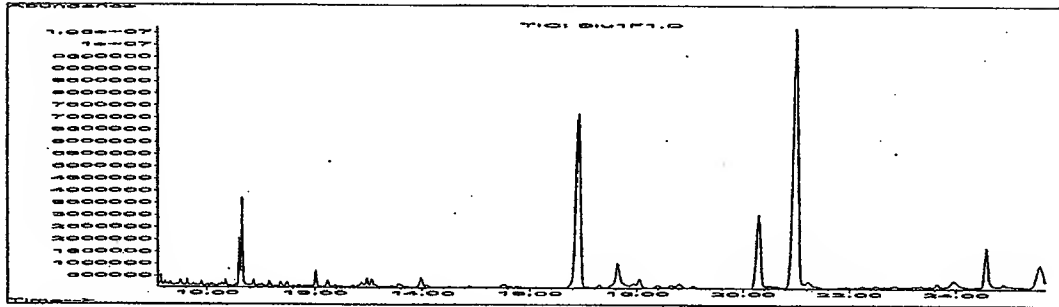
Date Acquired 4/17/2007 16:32

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F1

Vial Number 7

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	4,536,271
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.93	1.588	271	20,912,745
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

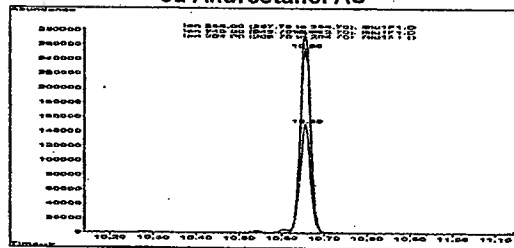
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,894,809	107.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	18,690,407	89.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

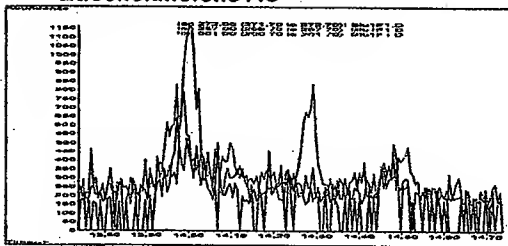
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,614,467	57.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	12,259,581	58.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

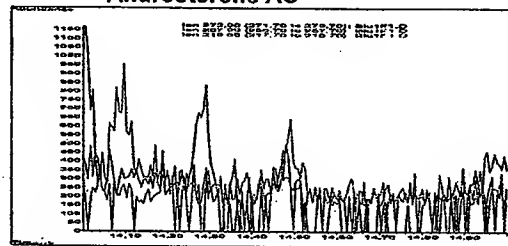
5a Androstanol AC



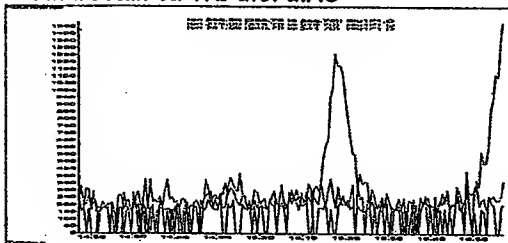
Etiocanolone AC



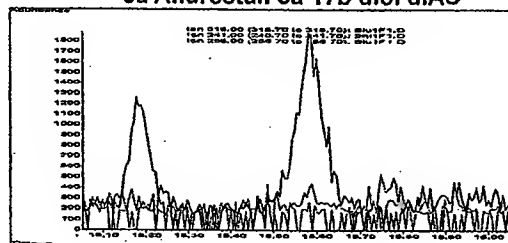
Androsterone AC



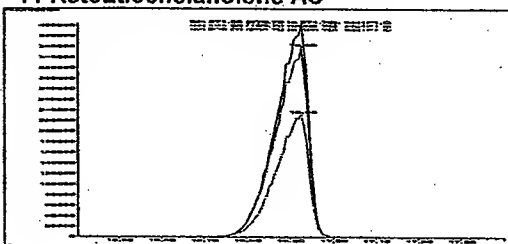
5b Androstan 3a 17b diol diAC



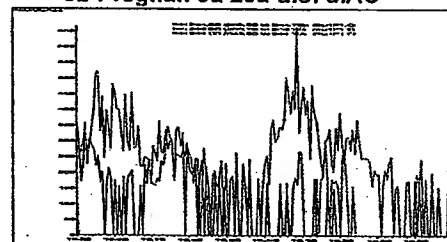
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocanolone AC



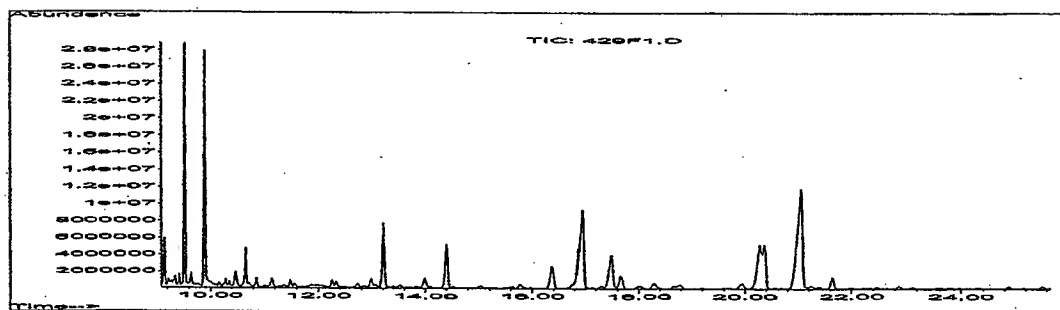
5b Pregnan 3a 20a diol diAC



35



Data File Name 429F1.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 17:05  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825429 F1  
 Vial Number 8  
 Misc Info A 825429 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,515,589
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.94	1.589	271	30,023,977
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

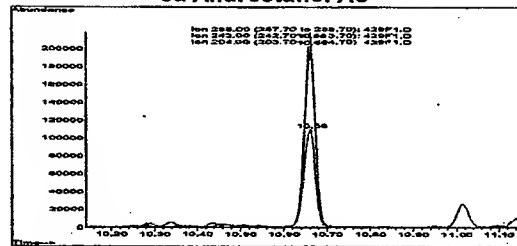
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,818,901	108.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	25,919,608	86.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

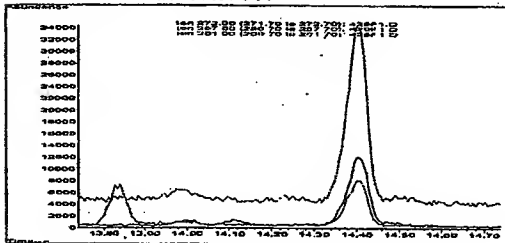
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,121,418	60.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	17,887,193	59.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

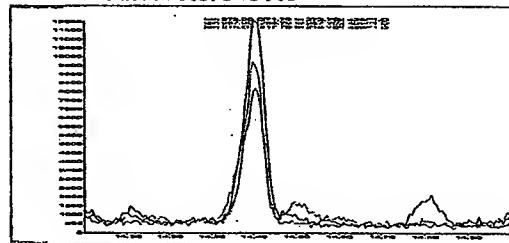
5a Androstanol AC



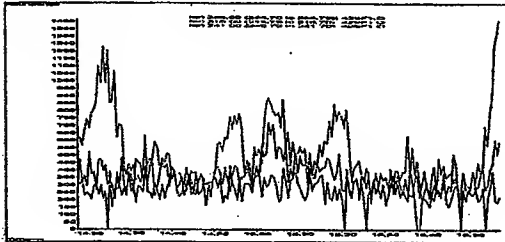
Etiocholanolone AC



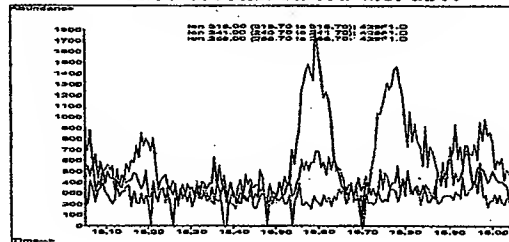
Androsterone AC



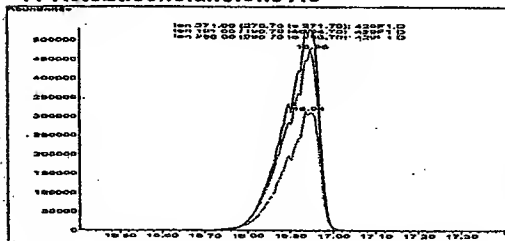
5b Androstan 3a 17b diol diAC



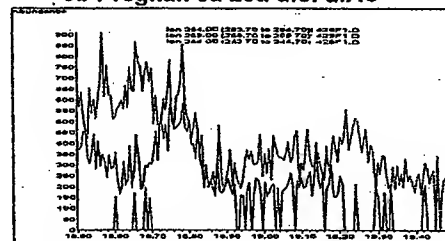
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Ms22\2007\Avril07\1704\Blu1F2.D

Data File Name Blu1F2.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1704\

Operator 49

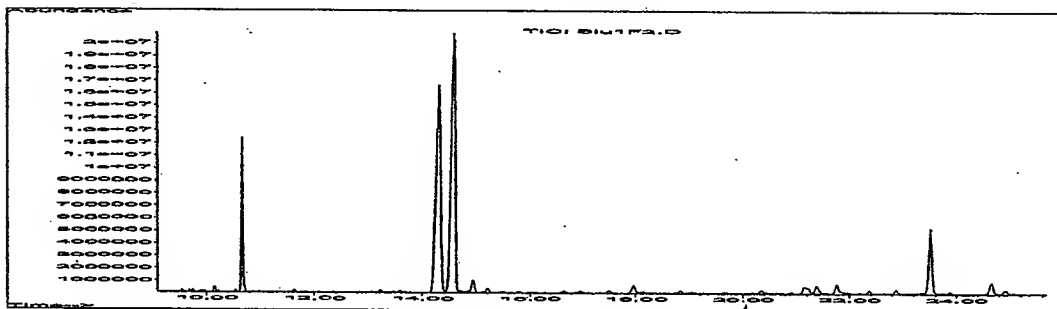
Date Acquired 4/17/2007 15:28

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 5

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	17,061,615
Etiocholanolone AC	14.34	1.344	272	49,278,512
Androsterone AC	14.61	1.369	272	99,468,360
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

**M2 signal**

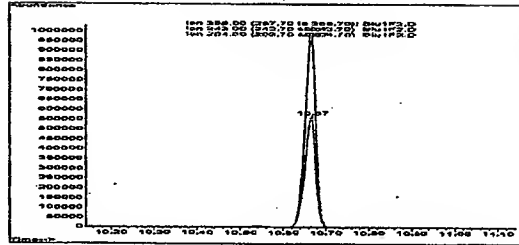
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	18,150,443	106.4
Etiocholanolone AC	257	30,985,721	62.9
Androsterone AC	257	42,863,723	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

**M3 signal**

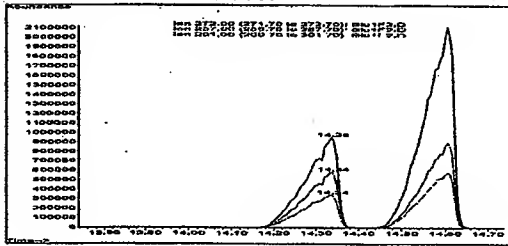
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	10,104,559	59.2
Etiocholanolone AC	201	18,941,185	38.4
Androsterone AC	218	30,424,298	30.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

98

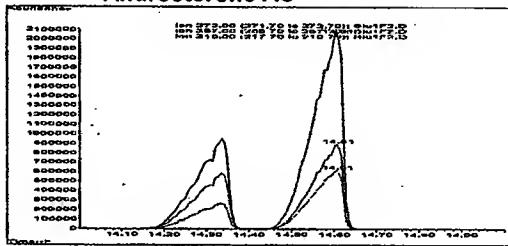
5a Androstanol AC



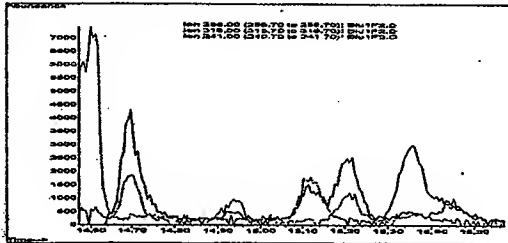
Etiocholanolone AC



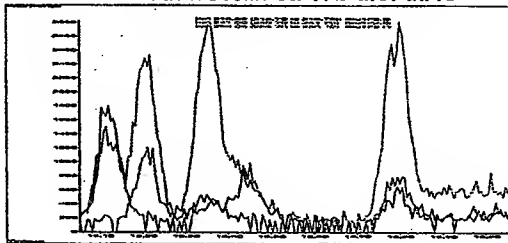
Androsterone AC



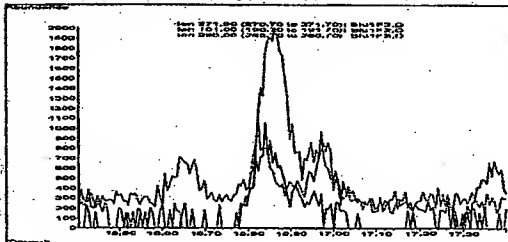
5b Androstan 3a 17b diol diAC



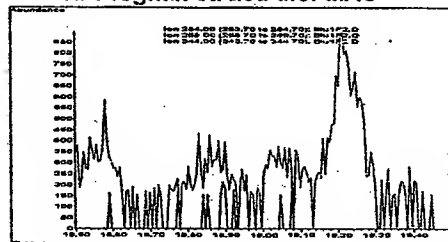
5a Androstan 3a 17b diol diAC



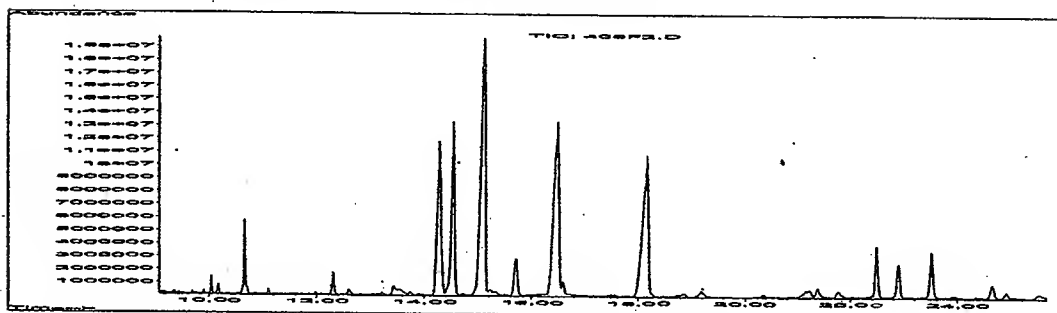
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 429F2.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 16:00  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825429 F2  
 Vial Number 6  
 Misc Info A 825429 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	7,396,039
Etiocholanolone AC	14.29	1.341	272	24,877,835
Androsterone AC	14.54	1.365	272	42,084,232
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

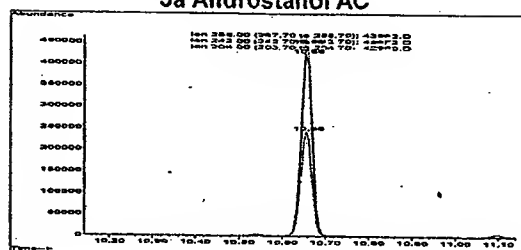
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	8,054,653	108.9
Etiocholanolone AC	257	15,935,890	64.1
Androsterone AC	257	18,378,991	43.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

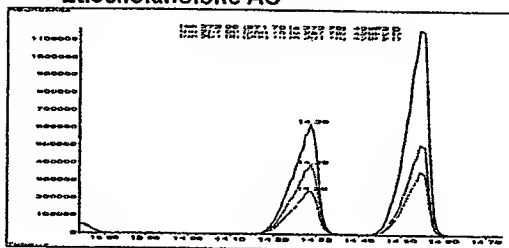
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	4,333,047	58.6
Etiocholanolone AC	201	10,329,816	41.5
Androsterone AC	218	13,330,637	31.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

40

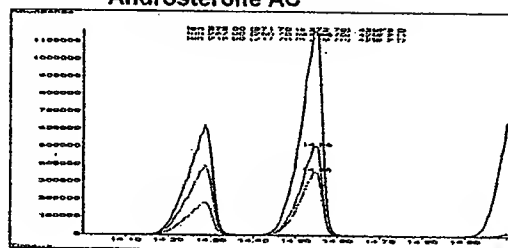
5a Androstanol AC



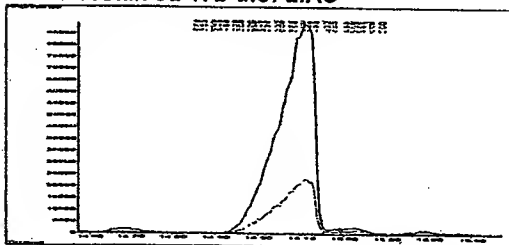
Etiochoanolone AC



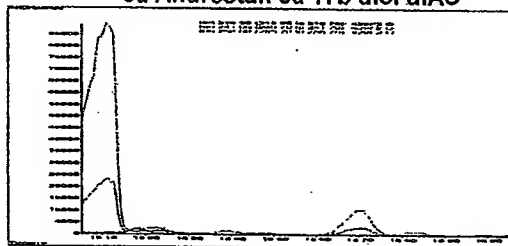
Androsterone AC



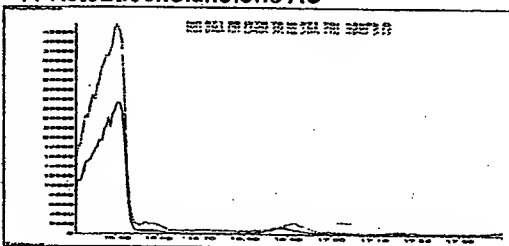
5b Androstan 3a 17b diol diAC



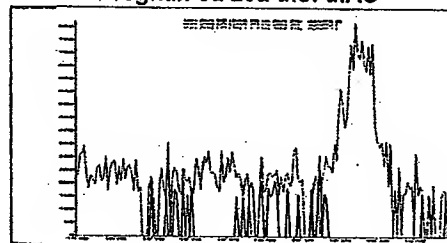
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiochoanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



41

D:\Ms22\2007\Avril\07\1704\Blu1F3.D

Data File Name Blu1F3.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril\07\1704\

Operator 49

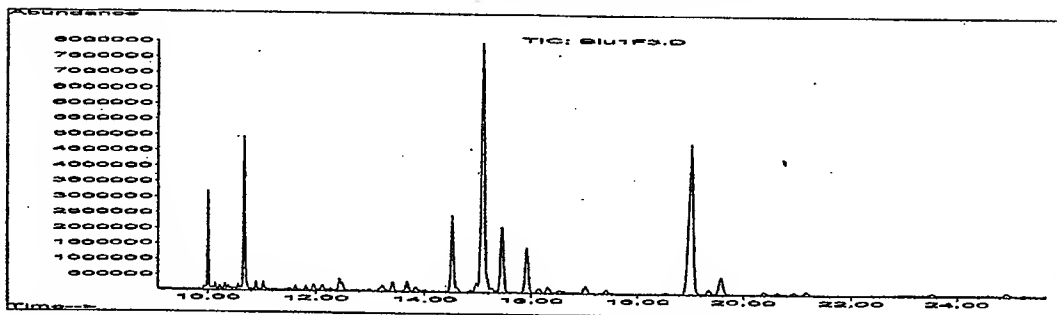
Date Acquired 4/17/2007 14:24

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F3

Vial Number 3

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	6,165,483
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.416	256	15,403,726
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.45	1.448	316	4,297,678
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.04	1.784	284	16,659,020

M2 signal

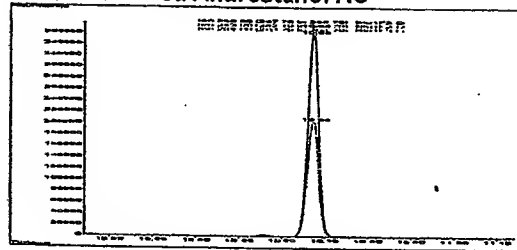
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,615,395	107.3
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	13,149,708	85.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,795,731	65.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,709,831	58.3

M3 signal

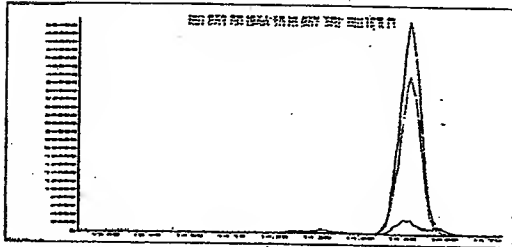
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,660,885	59.4
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,993,726	77.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,282,700	53.1
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,312,549	25.9

42

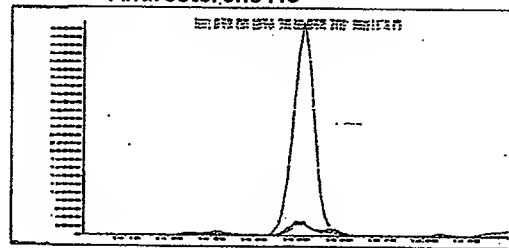
5a Androstanol AC



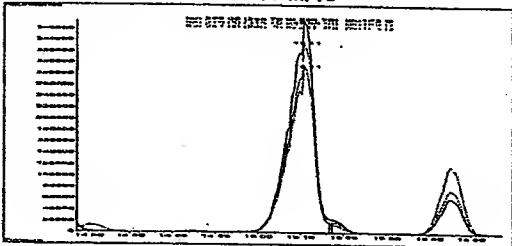
Etiocholanolone AC



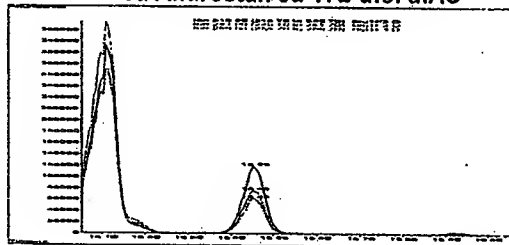
Androsterone AC



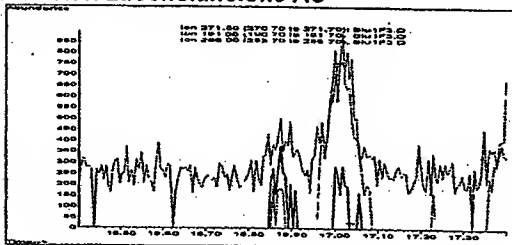
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



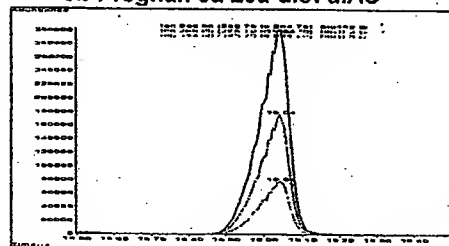
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC

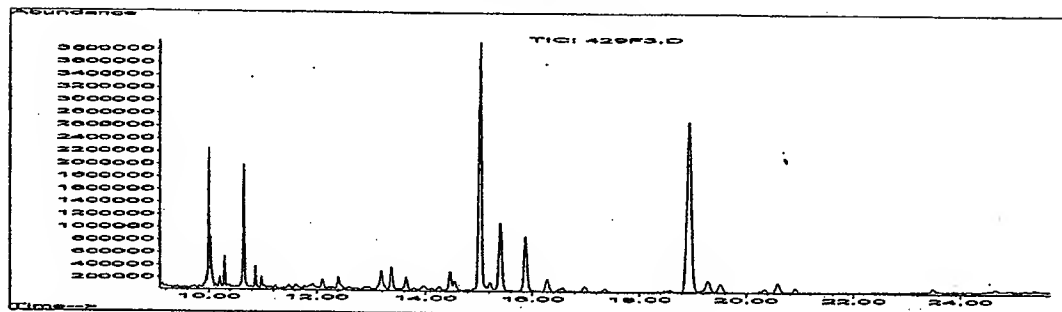


5b Pregnan 3a 20a diol dIAC





Data File Name 429F3.D  
 Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 14:56  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825429 F3  
 Vial Number 4  
 Misc Info A 825429 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,380,570
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.412	256	6,288,790
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.446	316	2,336,787
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.95	1.778	284	8,927,230

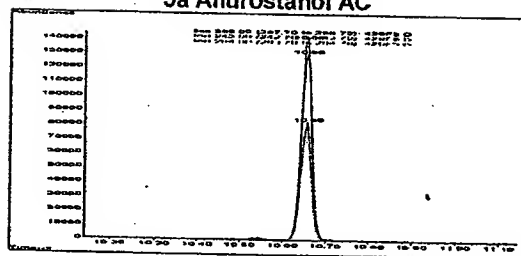
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,585,859	108.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	5,447,626	86.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,497,384	64.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	5,175,646	58.0

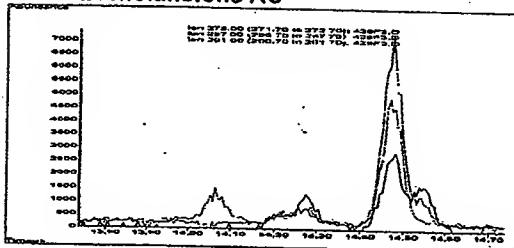
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,459,532	61.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,036,104	80.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	1,215,845	52.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	2,411,007	27.0

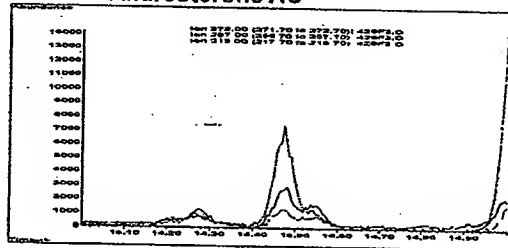
5a Androstanol AC



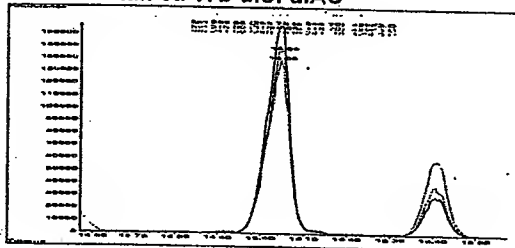
Etiocholanolone AC



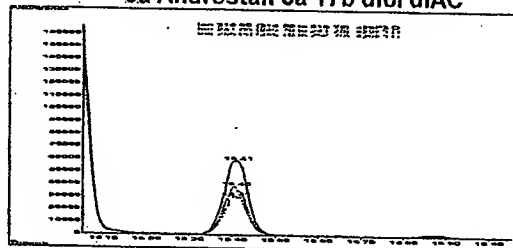
Androsterone AC



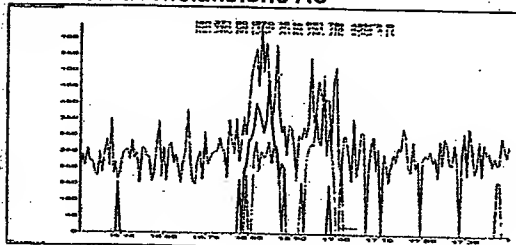
5b Androstan 3a 17b diol diAC



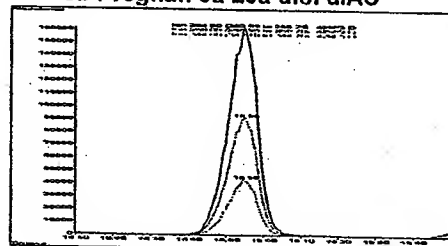
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007
		1/1
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS		

Appareil : NSD 433 Date : 17/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

		Oui	Non	Code op
MSD	Ion 69 ou 219 majoritaire	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
	Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
	18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1704 Nix Ac 01	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
Mix	1704 Nix Ac 02	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
Mix		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Mix		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Mix		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Ref		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Ref		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Ref		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Ref		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
Ref		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

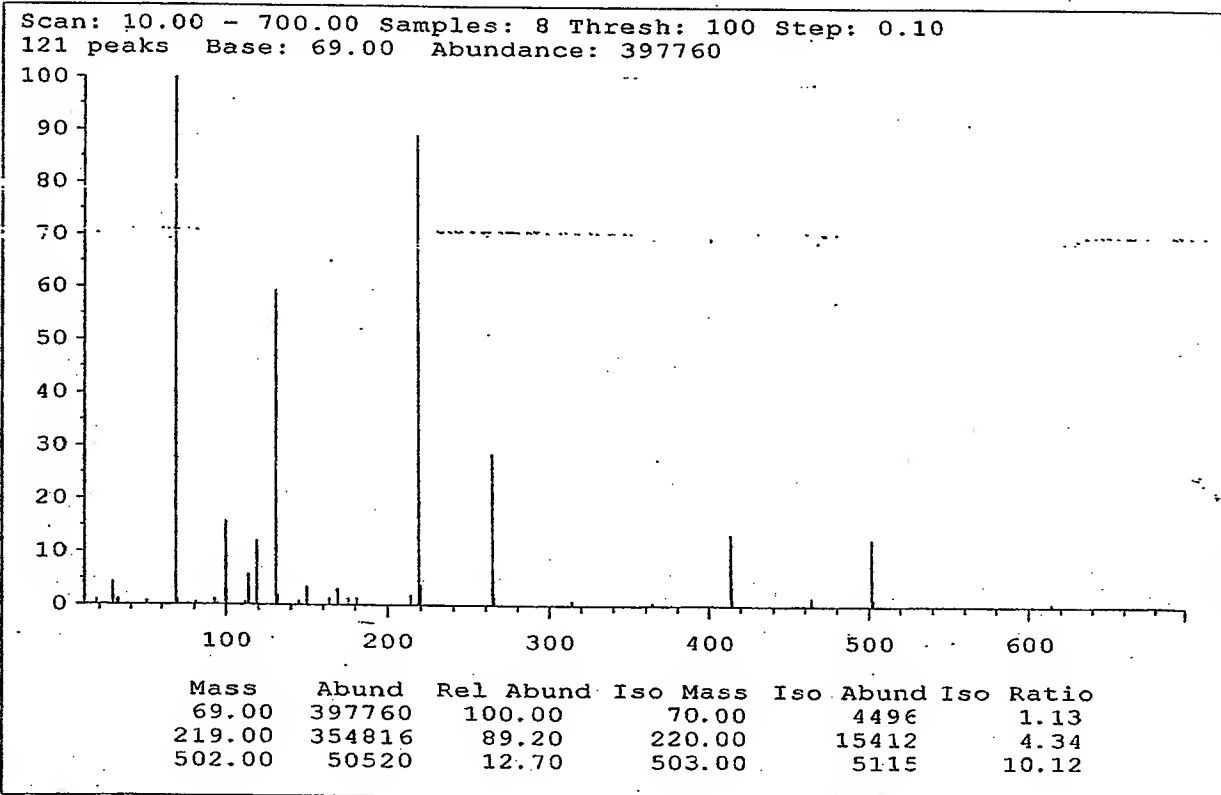
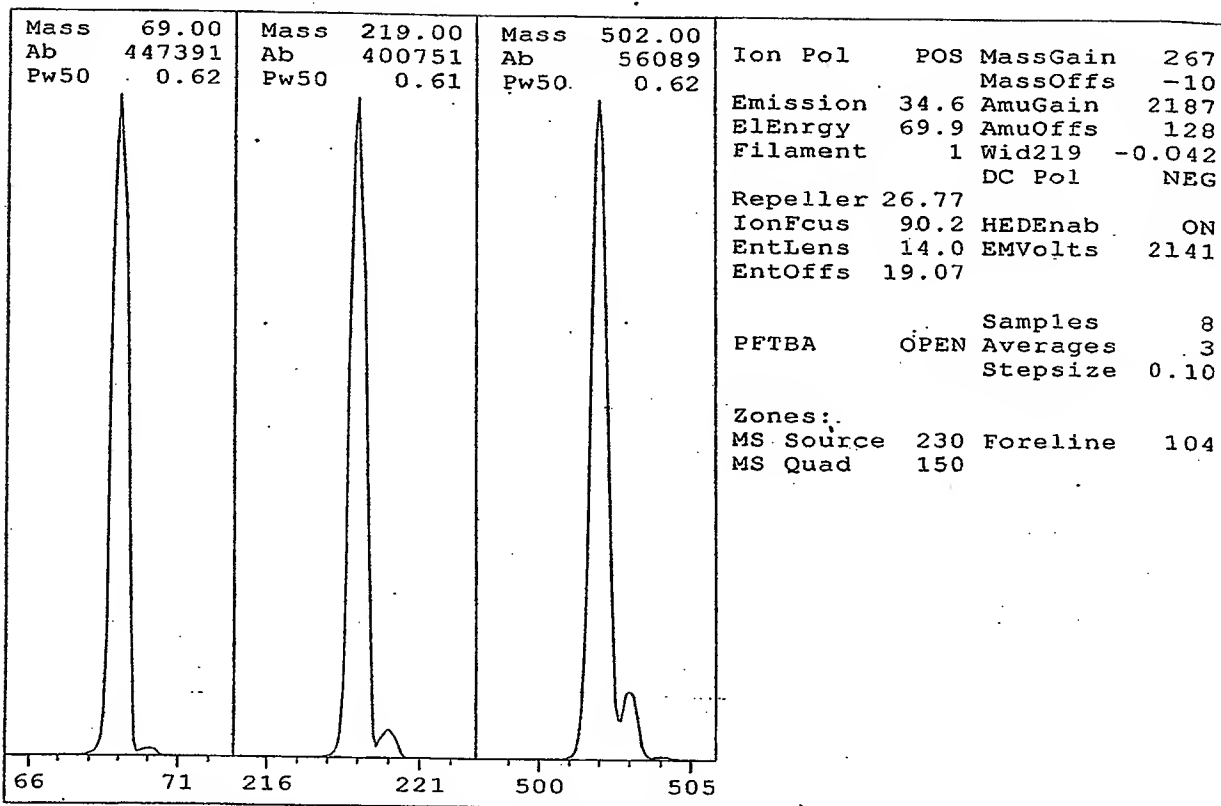
Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Tue Apr 17 10:41:31 2007  
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



47

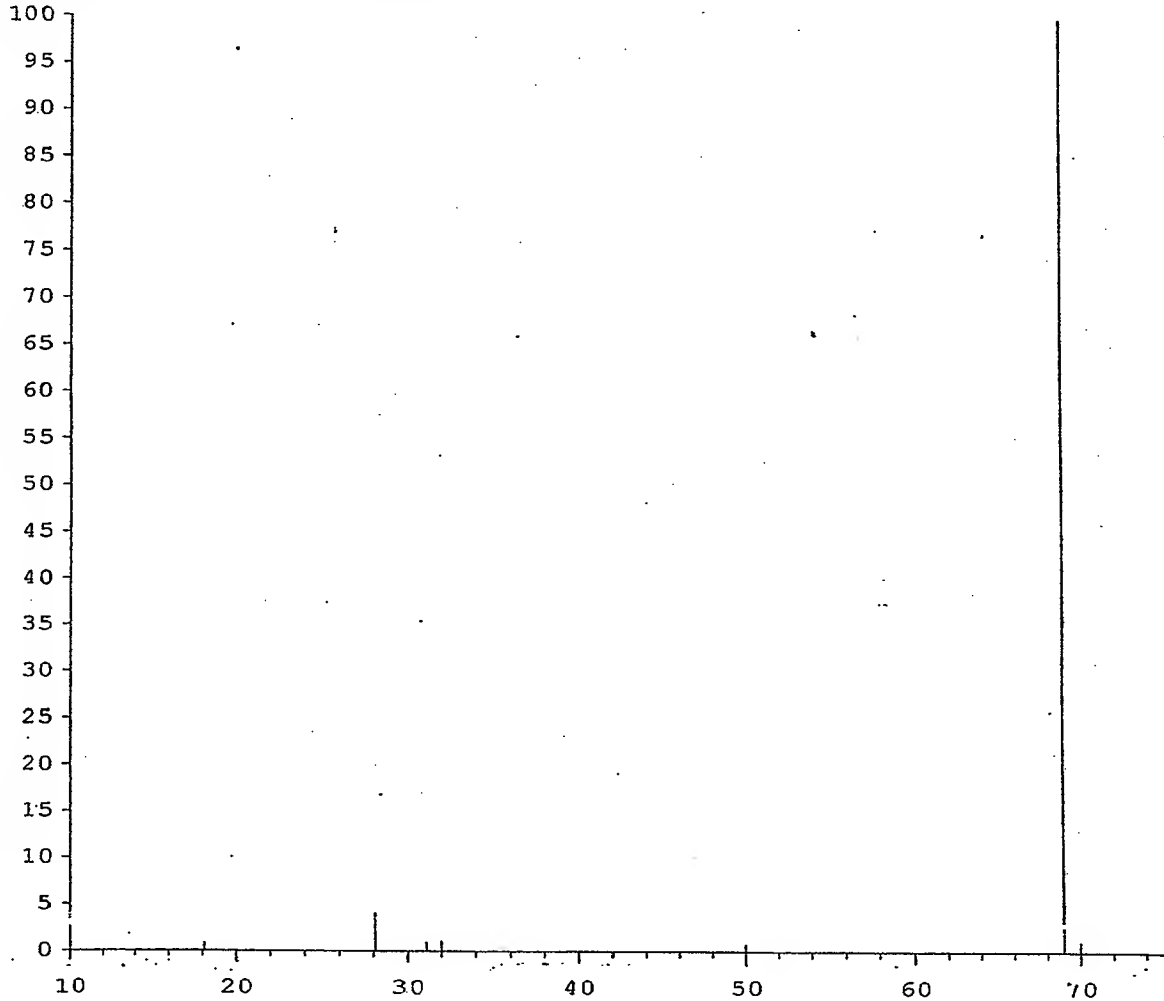
# 5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Tue Apr 17 10:47:36 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
63 peaks Base: 69.00 Abundance: 415488



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso	Abund	Iso	Ratio
69.00	415488	100.00		70.00		4737		1.14
18.10	3847	0.93		19.30		38		0.99
28.10	17048	4.10		29.10		212		1.24

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.93	Water%
28/69 = 4.10	Nitrogen%
32/69 = 1.11	Oxygen%
44/69 = 0.14	Carbon Dioxide%
28/18 = 443.15	Nitrogen/Water%

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-09 Version : B Date : 20/09/2006 1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS		

Echantillon : A 825429

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Tolérances sur le tr et le trr : +/- 1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu ) de variation  
25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif )  
< 25% +/- 5% (en absolu )

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: X Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,66	10,66	10,66	10,66
Fichier	1704MixAc01	429F1	429F2	429F3

Substance caractérisée : 11 Kétoéthiocholanolone AC

Fichier : 429F1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,93	1,588	100	88,4	58,7	16,94	1,589	100	86,3	59,6
Tolérance basse	16,76	1,572		78,4	48,7					
Tolérance haute	17,10	1,604		98,4	68,7					

Concordance des Tr : oui X non  
Concordance des Trr : oui X non  
Concordance globale des abondances relatives : oui X non

Substance caractérisée : Etiocholanolone AC

Fichier : 429F2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,27	1,338	100	65,0	39,1	14,29	1,341	100	64,1	41,5
Tolérance basse	14,13	1,325		55,0	31,3					
Tolérance haute	14,41	1,351		75,0	46,9					

Concordance des Tr : oui X non  
Concordance des Trr : oui X non  
Concordance globale des abondances relatives : oui X non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

429F2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,52	1,362	100	43,7	30,2	14,54	1,365	100	43,7	31,7
Tolérance basse	14,37	1,348		35,0	24,2					
Tolérance haute	14,67	1,376		52,4	36,2					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

429F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,09	1,415	100	90,5	78,2	15,05	1,412	100	86,6	80,1
Tolérance basse	14,94	1,401		80,5	68,2					
Tolérance haute	15,24	1,429		100,5	88,2					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

429F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,45	1,449	100	60,3	49,6	15,41	1,446	100	64,1	52,0
Tolérance basse	15,30	1,435		50,3	39,7					
Tolérance haute	15,60	1,463		70,3	59,5					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prégnane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

429F3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	18,98	1,780	100	57,6	27,5	18,95	1,778	100	58,0	27,0
Tolérance basse	18,79	1,762		47,6	22,0					
Tolérance haute	19,17	1,798		67,6	33,0					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

50

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

Fichier :

Mix					Echantillon				
Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
		100					100		
Tolérance basse									
Tolérance haute									

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

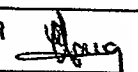
non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

49 

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

10 CB

Date:

17/04/07

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon.





LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

### COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

### INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

### CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min	
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min	
Température finale:	45 min	
Temps d'analyse:		
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s	

### INTERFACE

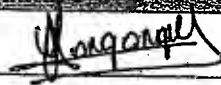
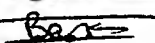
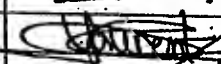
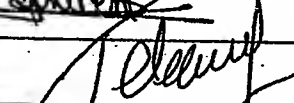
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

### CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure  
et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s) : *n-AN-41 (Vers: B)*

Durée d'application de la modification:

- ☐ TEMPORAIRE, date de début d'application : ..... date de fin d'application:
- ☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: *15/01/07*

Modification apportée :

**CONFIDENTIEL**

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions  
Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (n-AN41B  
pour l'instrument) :

100	RG open	2430	RG close
130	RG close	2460	RG open
160	RG open	2490	RG close
190	RG close	2510	RG open
220	RG open		
250	RG close		
750	HS close		
1150	HS open		
1300	HS close		
2000	HS open		

ASSURANCE QUALITÉ  
a f l d  
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

*[Signature]*

Identification par un NUMERO. *95*  
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

*54*

# Masslynx - Sample List

Page 1

Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1704.spl  
Printed: Wed Apr 18 12:21:33 2007

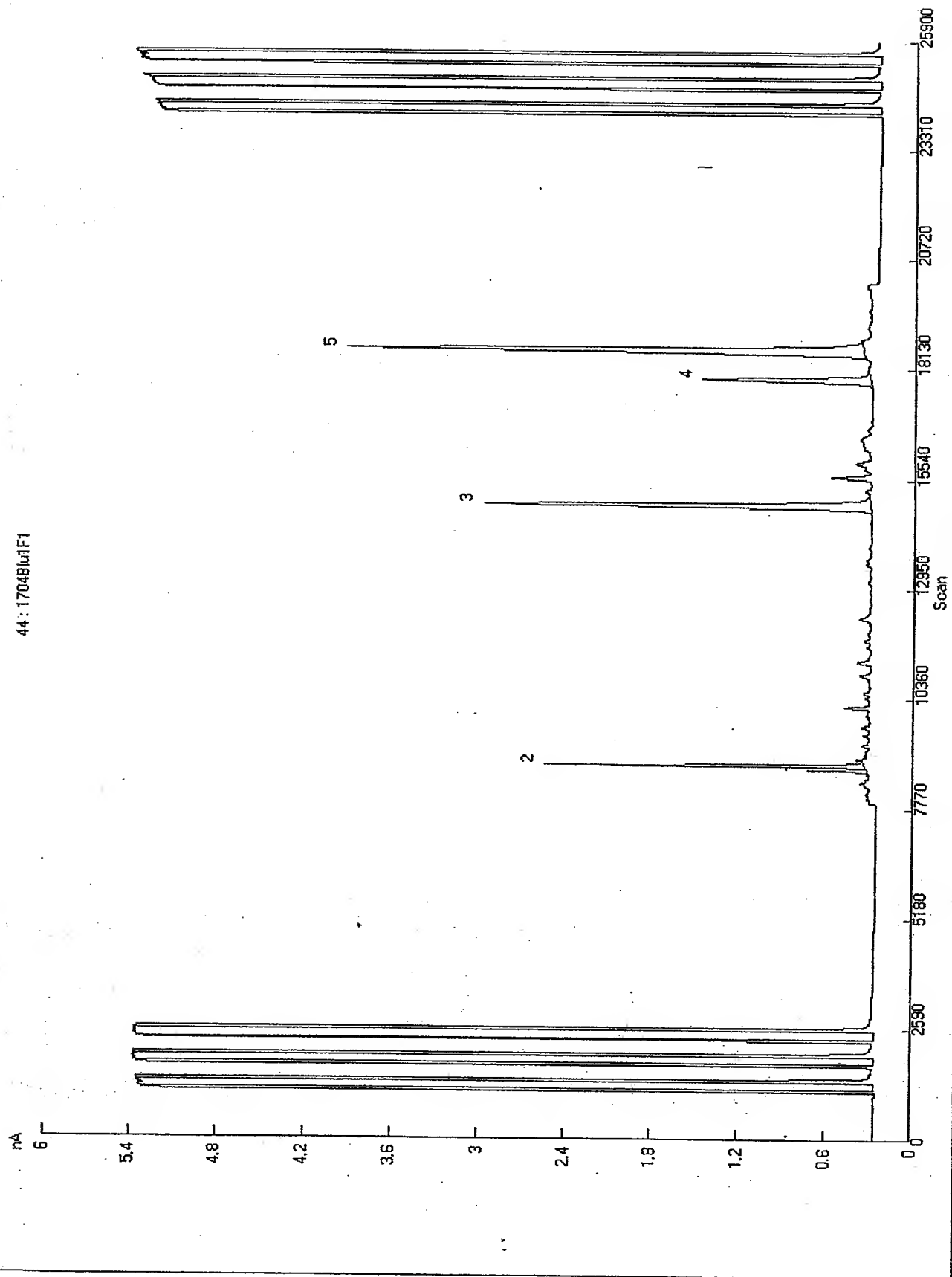
Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 1704stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
2 1704stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
3 1704stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
4 1704MixCalIRMS01	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
5 1704MixCalIRMS02	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
6 1704MixCalIRMS03	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
7 1704MixCalIRMS04	test de performance	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
8 1704MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
9 1704Blu1F3	Blanc urinaire 1 pool 4 F3/40ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
10 1704429F3	A 825429 F3/20ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
11 1704Blu1F2	Blanc urinaire 1 pool 4 F2/900ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
12 1704429F2	A 825429 F2/450ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
13 1704Blu1F1	Blanc urinaire 1 pool 4 F1/65ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
14 1704429F1	A 825429 F1/80ul	M-AN41	M-AN41	8	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
15 1704MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport

Séquence vérifiée par : ..... 49 .....

Remarques : .....

44:170481.F1



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 17048Nu1F1.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 1704.spl  
Line: 13  
MS file: M-AN41  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN41  
Sample ID:  
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F1/65ul

Acquisition Date: 17/4/07 21:54  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 7  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:		Value:		Molecular delta		
Ratio 1: 13C		-38.3		Label: delta 45		
Ratio 2: 18O		-20		Value: -34.63		
				wrt: PDB		
				delta 46		
				-20.06		
				PDB		

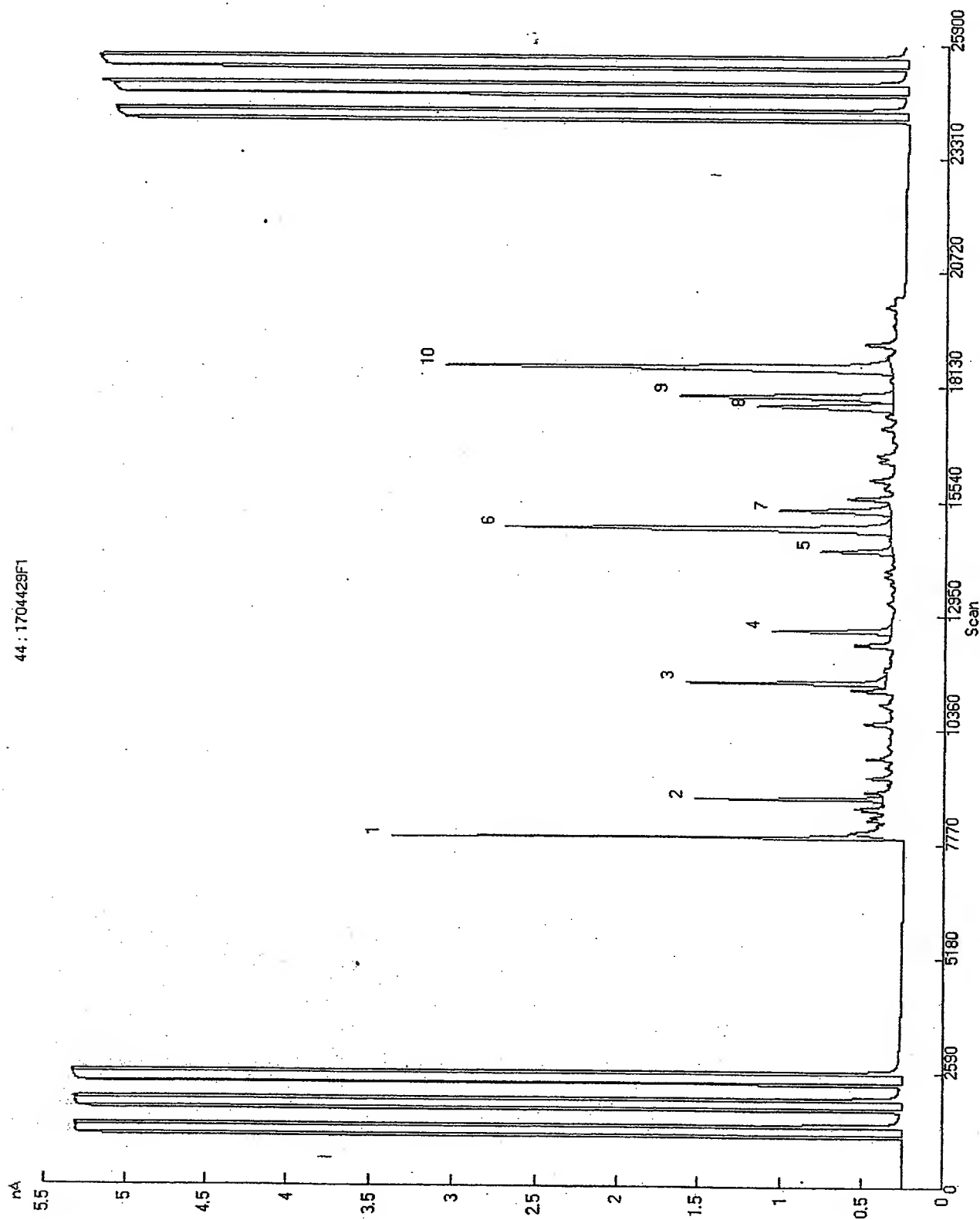
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.08	127.5	1.1680E-02	3.8050E-03
2	5.11	187.4	1.1680E-02	3.8039E-03
3	5.10	247.4	1.1680E-02	3.8030E-03
9	4.98	2427.5	1.1681E-02	3.8001E-03
10	5.02	2487.5	1.1681E-02	3.8009E-03
11	5.11	2547.5	1.1680E-02	3.8029E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8028E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.32

## Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	869.5	0.41	1.9963E-09	1.1674E-02	-0.53	-35.87	3.6914E-03	-29.39	-48.83	-19.48
2	880.9	2.21	1.0374E-08	1.1733E-02	4.54	-30.55	3.6911E-03	-29.47	-48.92	-19.57
3	1495.7	2.67	2.7078E-08	1.1800E-02	10.28	-24.73	3.6908E-03	-29.37	-48.83	-19.48
4	1791.4	1.15	1.1383E-08	1.1792E-02	9.59	-25.44	3.6907E-03	-29.30	-48.76	-19.41
5	1862.1	3.58	4.0654E-08	1.1800E-02	10.20	-24.82	3.6908E-03	-29.25	-48.72	-19.36

44:1704429F1





# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704429F1.raw	Acquisition Date: 17/4/07 22:39
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 10
Line: 14	Bottle: 8
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825429 F1/80ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:			
Ratio 1: 13C		-36.3		delta 45	
Ratio 2: 18O		-20		delta 46	
					PDB
					PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.04	127.5	1.1680E-02	3.8055E-03
2	5.05	187.4	1.1680E-02	3.8044E-03
3	5.06	247.4	1.1681E-02	3.8036E-03
14	4.82	2427.4	1.1680E-02	3.7997E-03
15	4.85	2487.3	1.1680E-02	3.8013E-03
16	4.93	2547.3	1.1680E-02	3.8024E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8028E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.32

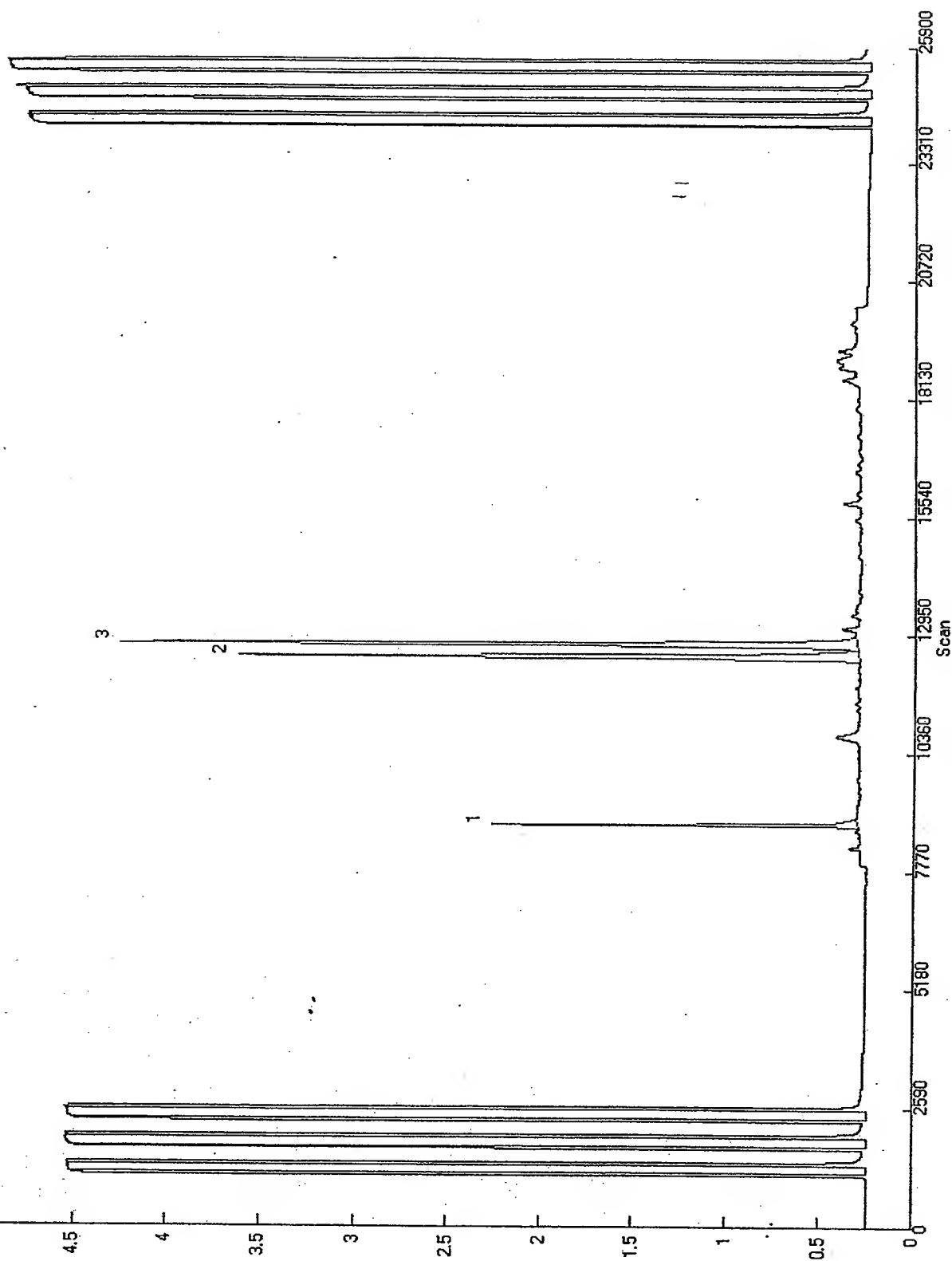
## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	792.1	3.01	1.2377E-08	1.1565E-02	-9.84	-45.45	3.6900E-03	-29.88	-49.29	-19.95
2	880.3	1.15	5.6487E-09	1.1722E-02	3.61	-31.57	3.6882E-03	-30.32	-49.75	-20.43
3	1144.1	1.22	8.3987E-09	1.1757E-02	6.56	-28.56	3.6908E-03	-29.52	-48.98	-19.63
4	1260.7	0.73	5.2793E-09	1.1742E-02	5.31	-29.84	3.6902E-03	-29.64	-49.09	-19.74
5	1442.6	0.44	3.8812E-09	1.1772E-02	7.87	-27.21	3.6905E-03	-29.49	-48.94	-19.59
6	1495.3	2.38	2.2874E-08	1.1804E-02	10.64	-24.36	3.6903E-03	-29.52	-48.98	-19.63
7	1535.5	0.68	6.4175E-09	1.1717E-02	3.20	-32.02	3.6903E-03	-29.52	-48.96	-19.81
8	1770.9	0.83	8.5385E-09	1.1726E-02	3.96	-31.24	3.6900E-03	-29.50	-48.95	-19.60
9	1793.4	1.30	1.2878E-08	1.1799E-02	10.15	-24.87	3.6913E-03	-29.14	-48.61	-19.25
10	1860.3	2.72	2.9798E-08	1.1804E-02	10.64	-24.36	3.6906E-03	-29.32	-48.79	-19.43

59

nA

44:1704Blut F2



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704Blu1F2.raw	Acquisition Date: 17/4/07 20:25
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 20
Line: 11	Bottle: 5
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F2/800ul	

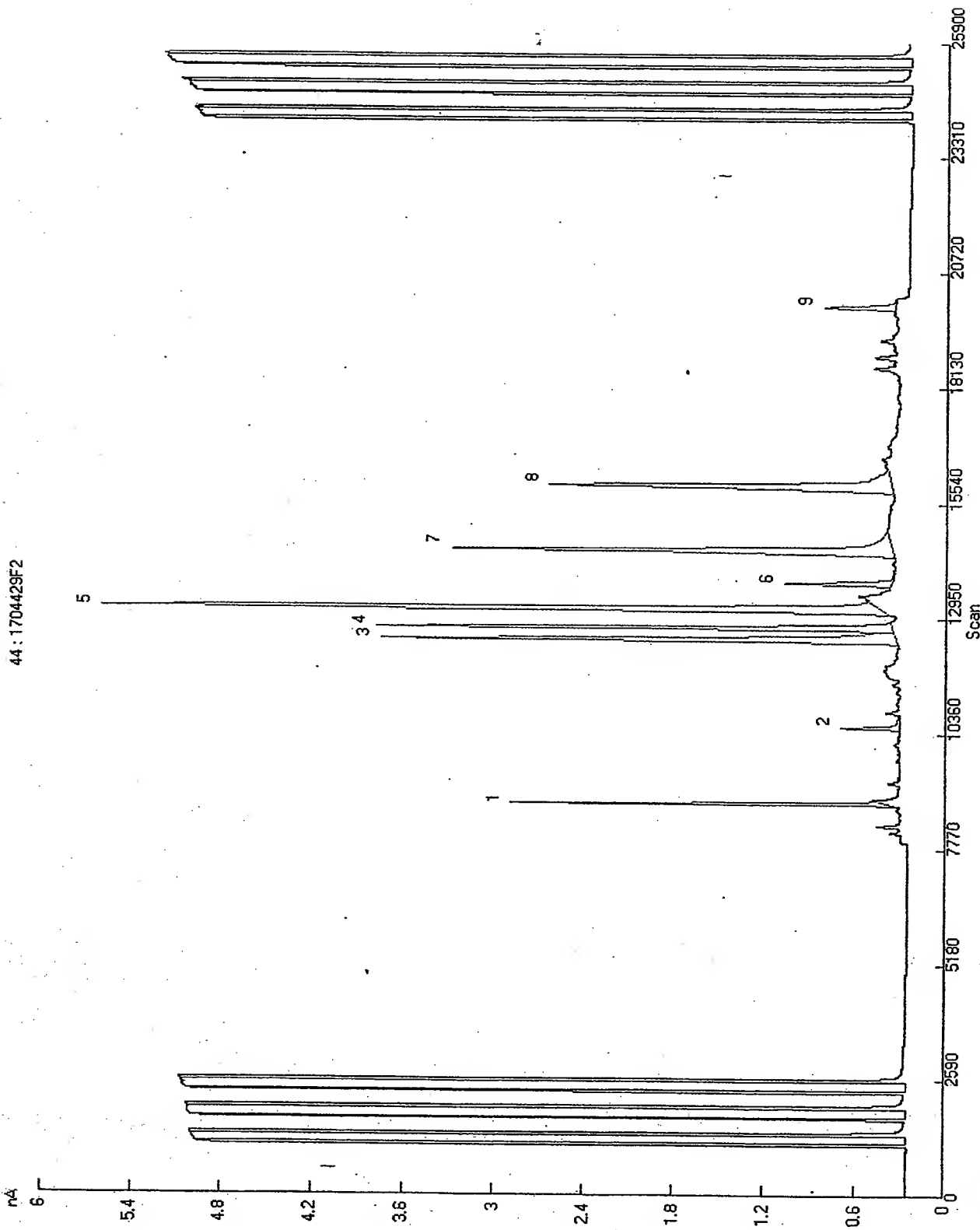
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.28	126.8	1.1679E-02	3.8018E-03
2	4.28	188.6	1.1679E-02	3.8030E-03
3	4.28	246.5	1.1679E-02	3.8030E-03
7	4.50	2427.1	1.1679E-02	3.8000E-03
8	4.52	2487.0	1.1679E-02	3.8010E-03
9	4.81	2547.0	1.1678E-02	3.8021E-03

Mean: 1.1679E-02    3.8018E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.24

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	126.8	1.98	9.4148E-08	1.1736E-02	4.92	-30.24	3.6895E-03	-29.61	-49.06	-19.71
2	188.6	3.31	2.7958E-08	1.1790E-02	9.51	-25.53	3.6904E-03	-29.32	-48.78	-19.43
3	246.5	3.95	3.0768E-08	1.1799E-02	10.25	-24.77	3.6915E-03	-29.03	-48.60	-19.13



62

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704429F2.raw	Acquisition Date: 17/4/07 21:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle: 6
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825429 F2/450ul	

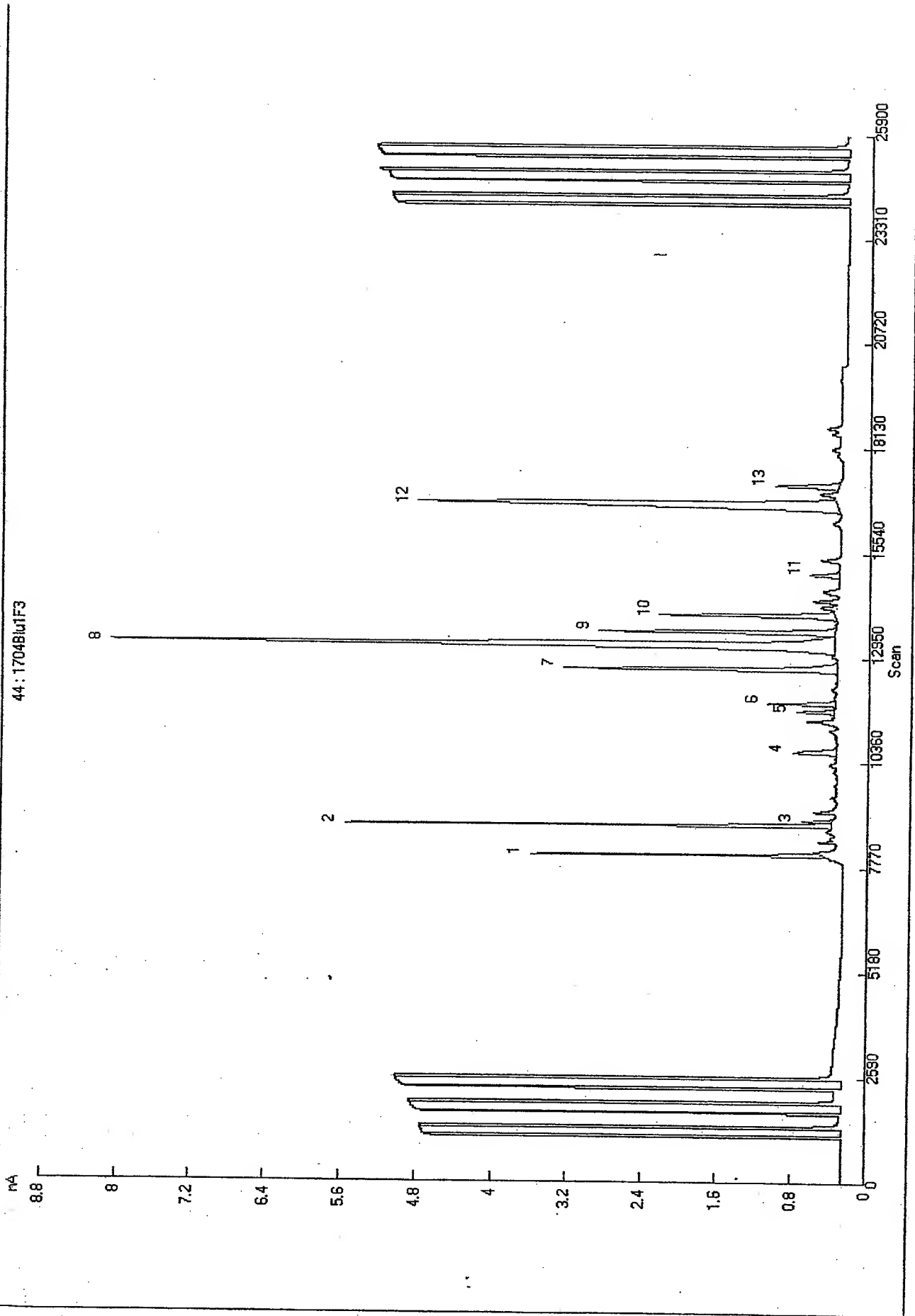
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Crag	
Elemental delta	
Label:      Value:      Molecular delta	
Label:      Value:      Label:      Value:      wrt:	
Ratio 1: 13C      -36.3      delta 45      -34.63      PDB	
Ratio 2: 18O      -20      delta 46      -20.08      PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.72	127.2	1.1678E-02	3.8056E-03
2	4.75	187.1	1.1679E-02	3.8050E-03
3	4.79	247.1	1.1679E-02	3.8041E-03
13	4.71	2427.3	1.1680E-02	3.7997E-03
14	4.76	2487.3	1.1680E-02	3.8016E-03
15	4.91	2547.3	1.1680E-02	3.8024E-03

Mean: 1.1679E-02      3.8031E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02      0.30

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.2	2.49	1.1423E-08	1.1735E-02	4.79	-30.38	3.6903E-03	-29.85	-49.29	-19.95
2	1052.1	0.39	2.5965E-09	1.1747E-02	5.78	-29.36	3.6916E-03	-29.43	-48.89	-19.53
3	247.1	3.41	3.1474E-08	1.1786E-02	9.16	-25.88	3.6910E-03	-29.49	-48.95	-19.60
4	2427.3	3.41	2.8188E-08	1.1790E-02	9.45	-25.59	3.6918E-03	-29.29	-48.75	-19.40
5	1320.9	5.15	5.0301E-08	1.1703E-02	2.08	-33.19	3.6921E-03	-29.19	-48.64	-18.28
6	1375.8	0.70	5.4755E-09	1.1699E-02	1.70	-33.55	3.6889E-03	-30.01	-49.44	-20.11
7	1452.5	2.92	3.2979E-08	1.1745E-02	5.62	-29.52	3.6897E-03	-29.75	-49.19	-19.85
8	1597.8	2.28	2.8591E-08	1.1737E-02	4.93	-30.20	3.6862E-03	-30.62	-50.05	-20.73
9	1998.4	0.48	3.9861E-09	1.1725E-02	3.87	-31.32	3.6885E-03	-29.85	-49.29	-19.95



64

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704Blu1F3.raw	Acquisition Date: 17/4/07 18:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle: 3
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F3/40ul	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -38.3	
Ratio 2: 18O      -20	
Molecular delta	
Label:      Value:	
delta 45      -34.63	
delta 48      -20.06	
wrt: PDB	

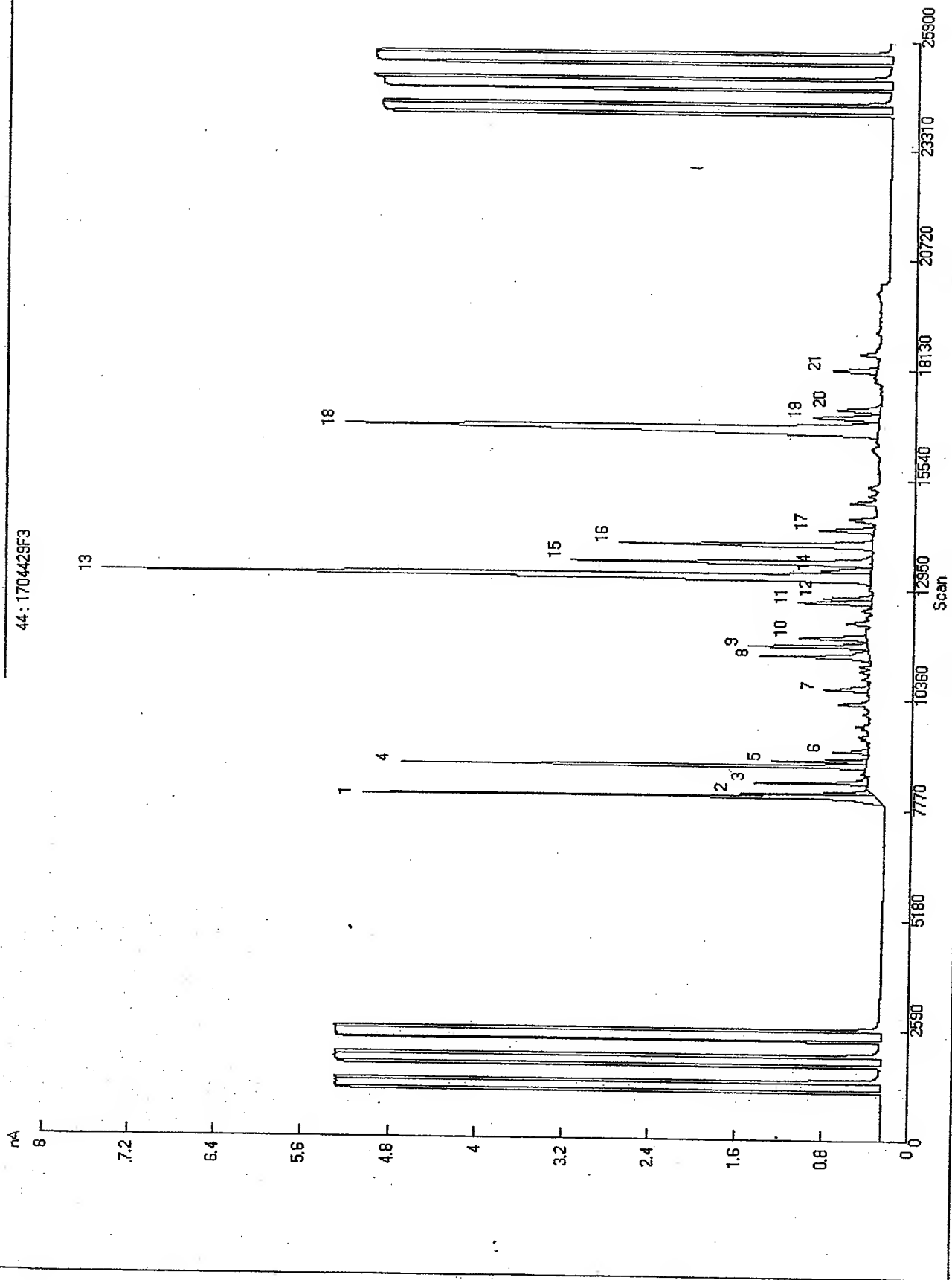
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.47	127.1	1.1681E-02	3.7919E-03
2	4.58	187.0	1.1681E-02	3.7921E-03
3	4.72	247.0	1.1683E-02	3.7909E-03
17	4.83	2427.5	1.1680E-02	3.7963E-03
18	4.89	2487.4	1.1680E-02	3.7964E-03
19	5.01	2547.4	1.1680E-02	3.7962E-03

Mean: 1.1681E-02    3.7940E-03  
Std Dev of fit (%): 0.08    0.15

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	808.7	3.12	1.2985E-08	1.1793E-02	9.55	-25.54	3.6890E-03	-27.40	-46.90	-17.49
2	882.8	5.17	2.5514E-08	1.1734E-02	4.56	-30.69	3.6882E-03	-27.63	-47.12	-17.71
3	893.2	0.33	1.5722E-09	1.1769E-02	7.52	-27.66	3.6908E-03	-26.96	-46.46	-17.04
4	1062.2	0.47	4.6346E-09	1.1758E-02	6.55	-28.64	3.6895E-03	-27.40	-46.90	-17.48
5	1184.5	0.41	2.6424E-09	1.1823E-02	12.12	-22.89	3.6884E-03	-27.73	-47.23	-17.83
6	1184.7	0.72	4.8114E-09	1.1749E-02	5.79	-29.41	3.6884E-03	-27.76	-47.24	-17.84
7	1269.4	2.92	2.2839E-08	1.1785E-02	7.18	-28.00	3.6887E-03	-27.71	-47.20	-17.80
8	1330.9	7.71	8.8914E-08	1.1771E-02	7.67	-27.46	3.6871E-03	-28.16	-47.64	-18.25
9	1361.7	2.52	1.8966E-08	1.1784E-02	7.09	-28.05	3.6867E-03	-28.28	-47.76	-18.38
10	1402.9	1.87	1.4853E-08	1.1773E-02	7.85	-27.27	3.6866E-03	-28.33	-47.80	-18.42
11	1502.3	0.32	2.6411E-09	1.1796E-02	9.88	-25.18	3.6867E-03	-28.37	-47.85	-18.47
12	1680.2	4.46	8.0382E-08	1.1779E-02	8.37	-26.73	3.6873E-03	-28.31	-47.79	-18.40
13	1722.8	0.68	6.2278E-09	1.1789E-02	9.23	-25.85	3.6883E-03	-28.05	-47.54	-18.15

44: 1704429F3



66



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704429F3.raw	Acquisition Date: 17/04/07 19:07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 30
Line: 10	Bottle: 4
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825429 F3/20ul	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:      Molecular delta	
Label:      Value:      Label:      Value:      wrt:	
Ratio 1: 13C      -38.3      delta 45      -34.83      PDB	
Ratio 2: 18O      -20      delta 46      -20.08      PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.00	127.6	1.1679E-02	3.7957E-03
2	5.02	187.4	1.1679E-02	3.7960E-03
3	5.02	247.4	1.1680E-02	3.7960E-03
25	4.68	2427.4	1.1680E-02	3.7981E-03
26	4.69	2487.2	1.1680E-02	3.7989E-03
27	4.75	2547.2	1.1680E-02	3.7992E-03

Mean: 1.1680E-02      3.7973E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03      0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	808.5	4.72	2.4346E-08	1.1789E-02	9.42	-25.64	3.6873E-03	-28.81	-48.28	-18.91
2	815.0	1.23	6.6873E-09	1.1768E-02	7.81	-27.51	3.6887E-03	-28.44	-47.92	-18.53
3	840.8	1.04	5.2716E-09	1.1791E-02	8.55	-25.50	3.6880E-03	-28.64	-48.12	-18.74
4	880.8	4.28	2.1029E-08	1.1735E-02	4.75	-30.75	3.6870E-03	-28.90	-48.36	-19.00
5	892.5	0.87	4.3018E-09	1.1786E-02	7.43	-27.70	3.6884E-03	-28.54	-48.01	-18.84
6	914.3	0.33	1.8708E-09	1.1824E-02	12.33	-22.60	3.6841E-03	-28.88	-49.14	-19.79
7	1060.9	0.40	3.0602E-09	1.1767E-02	7.47	-27.65	3.6874E-03	-28.87	-48.33	-18.97
8	1140.2	1.01	8.0474E-09	1.1773E-02	8.01	-27.08	3.6869E-03	-29.01	-48.47	-19.11
9	1164.3	1.10	7.1090E-09	1.1821E-02	12.13	-22.83	3.6867E-03	-29.09	-48.56	-19.20
10	1184.2	0.63	4.3057E-09	1.1772E-02	7.89	-27.21	3.6879E-03	-28.78	-48.25	-18.88
11	1265.9	0.67	4.7201E-09	1.1747E-02	5.74	-29.42	3.6865E-03	-29.15	-48.61	-19.25
12	1275.8	0.44	3.1898E-09	1.1789E-02	7.68	-27.42	3.6870E-03	-29.04	-48.51	-19.14
13	1328.6	7.09	7.4262E-08	1.1758E-02	6.69	-28.45	3.6881E-03	-28.78	-48.23	-18.88
14	1340.7	0.46	3.6785E-09	1.1814E-02	11.52	-23.50	3.6918E-03	-27.90	-47.30	-17.89
15	1360.9	2.77	2.1943E-08	1.1728E-02	4.18	-34.04	3.6884E-03	-28.69	-48.15	-18.78
16	1402.6	2.34	1.8904E-08	1.1776E-02	6.23	-26.86	3.6879E-03	-28.82	-48.29	-18.92
17	1437.4	0.51	3.9396E-09	1.1773E-02	7.95	-27.16	3.6891E-03	-28.53	-48.00	-18.82
18	1689.1	4.91	6.8213E-08	1.1778E-02	8.45	-26.84	3.6882E-03	-28.84	-48.31	-18.95
19	1702.5	0.61	8.1253E-09	1.1779E-02	8.49	-26.59	3.6881E-03	-28.89	-48.36	-18.99
20	1721.0	0.40	3.9087E-09	1.1781E-02	8.67	-26.39	3.6868E-03	-28.23	-48.69	-19.33
21	1812.9	0.41	3.3682E-09	1.1777E-02	8.32	-26.78	3.6897E-03	-28.50	-47.97	-18.59

67

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : ..... A 845429 .....

Numéro d'identification de l'appareil : ..... Topom 4 .....

Instruction de confirmation : ..... I-CONF 3.1 .....

### 1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

### 2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

### 3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: ..... 005 .....

Valeurs obtenues (‰) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,67	-28,09	-32,03	-31,06
Ecart-type	0,03	0,14	0,09	0,05

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  ‰

Précision conforme : oui ☒ non ☐

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VÉRIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

#### 4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....001C.....

Valeurs obtenues (%):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
1704 Mix Cal Acétate	-30,64	-19,89	-33,84	-16,16
1704 Mix Cal Acétate	-30,55	-20,30	-33,64	-16,55

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

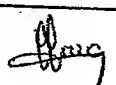
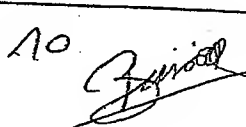
Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME

Rayer la mention inutile

Observations:

#### Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
18/04/07	49 	18/04/07	10 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

17/04/2007

Peak Center

■ IsoPrime - Peak Display

File

1.00e0  
81.36

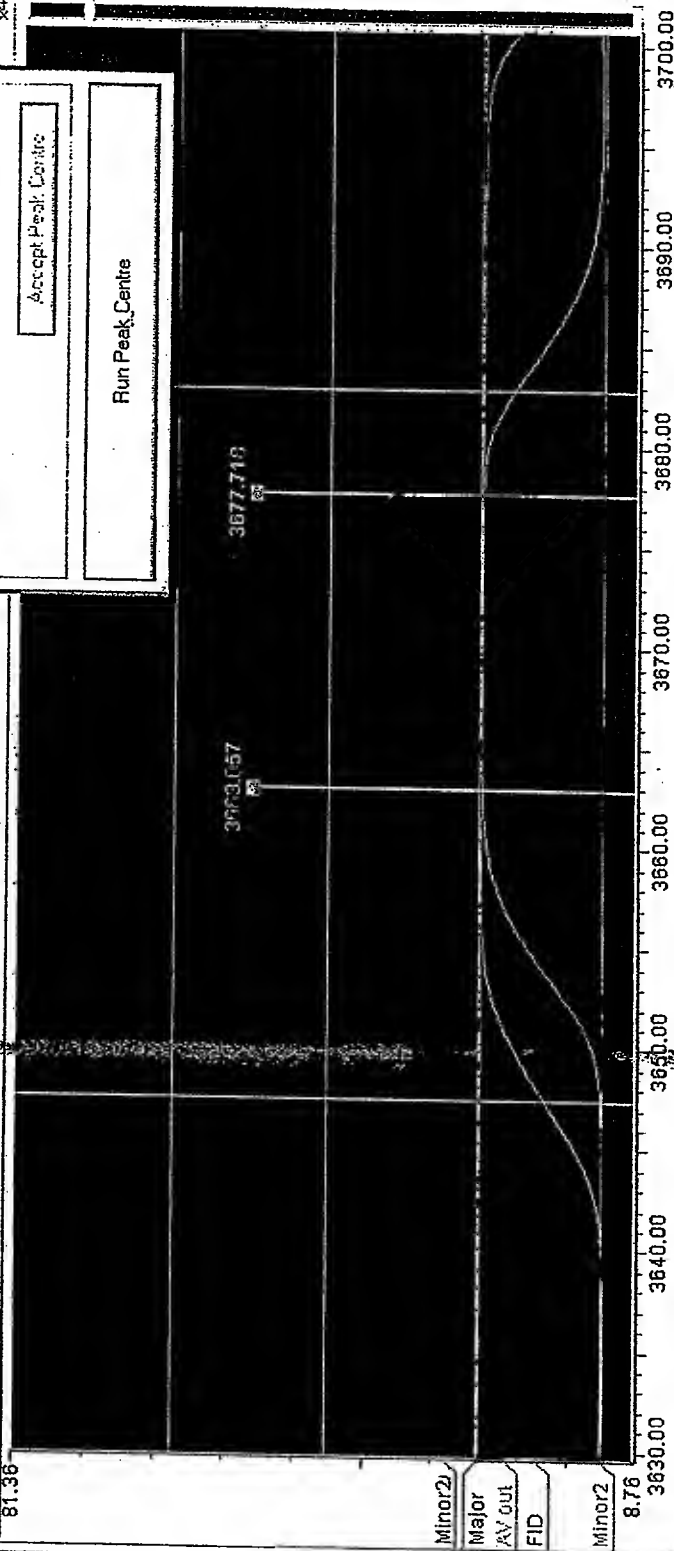
3663.3

### Peak Centre Results

Peak Centre - 04/17/07 11:01:23  
Centre 3059.60 V Charge +0.51 V  
Beam 5.85e-10 A  
Focus 0.54 F  
Resolution 123.0  
Abundance Sensitivity 7.21 Min. of Total

Accept Peak Centre

Run Peak Centre



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704stabilite1.raw	Acquisition Date: 17/4/07 11:03
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.06
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Crag					
Elemental delta					
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63		PDB
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06		PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.09	37.6	1.1679E-02	3.7875E-03
2	5.10	97.8	1.1679E-02	3.7877E-03
3	5.14	157.6	1.1679E-02	3.7874E-03
4	5.18	217.6	1.1680E-02	3.7870E-03
5	5.21	277.7	1.1680E-02	3.7870E-03
6	5.20	337.7	1.1680E-02	3.7871E-03
7	5.21	397.7	1.1680E-02	3.7869E-03
8	5.23	457.7	1.1680E-02	3.7868E-03
9	5.21	517.7	1.1680E-02	3.7871E-03
10	5.18	577.7	1.1680E-02	3.7874E-03

Mean: 1.1680E-02    3.7872E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.07

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704stabilite2.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 1704.spl  
Line: 2  
MS file: Co2 stab  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: Do Nothing  
Sample ID:  
Description: test de stabilite

Acquisition Date: 17/4/07 11:14  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 0  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	della 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.16	37.7	1.1680E-02	3.7882E-03
2	5.14	97.8	1.1681E-02	3.7885E-03
3	5.13	157.8	1.1681E-02	3.7885E-03
4	5.11	217.8	1.1681E-02	3.7885E-03
5	5.09	277.6	1.1681E-02	3.7888E-03
6	5.09	337.6	1.1681E-02	3.7889E-03
7	5.08	397.6	1.1681E-02	3.7890E-03
8	5.07	457.6	1.1681E-02	3.7892E-03
9	5.09	517.6	1.1681E-02	3.7894E-03
10	5.10	577.6	1.1681E-02	3.7894E-03

Mean: 1.1681E-02    3.7888E-03  
Std Dev of fit (%): 0.01    0.02

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	----------------------

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704stabilite3.raw	Acquisition Date: 17/4/07 11:25
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.16	37.6	1.1682E-02	3.7891E-03
2	5.20	97.6	1.1682E-02	3.7893E-03
3	5.24	157.6	1.1683E-02	3.7888E-03
4	5.27	217.7	1.1682E-02	3.7888E-03
5	5.27	277.7	1.1682E-02	3.7883E-03
6	5.24	337.6	1.1682E-02	3.7886E-03
7	5.18	397.8	1.1682E-02	3.7888E-03
8	5.12	457.8	1.1682E-02	3.7891E-03
9	5.09	517.6	1.1682E-02	3.7893E-03
10	5.06	577.5	1.1682E-02	3.7896E-03

Mean: 1.1682E-02    3.7890E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.10

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

43

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

Appareil concerné: Isoprime 2

**COLONNE** : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732  
Longueur : 30 m  
Diamètre interne : 0,25 mm  
Epaisseur du film : 0,25 µm

**INJECTION** : Mode : Split Ratio: 1:20,30 ASSURANCE QUALITE  
Température : 280 °C AB LNDD  
Volume injecté : 2 µl e 18/04/06

**CONDITION GC** : Température initiale : 100°C pendant 4 min  
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min  
150°C->200°C à 30°C/min  
Température finale : 200 °C pendant 1 min  
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

**INTERFACE** : Piège à eau: -100°C  
Four à combustion : 850°C  
Ligne de transfert : 350°C

**CONDITIONS MS** : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46  
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s  
à 20s RG open  
à 50s RG close  
à 80s RG open  
à 110s RG close  
à 160 HS close  
à 600s HS open  
à 720s RG open  
à 750s RG close  
à 780s RG open  
à 810s RG open  
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

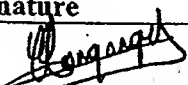
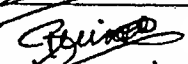

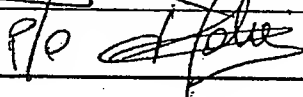
**CONFIDENTIEL**

APPLICABLE le  
25 JAN. 2006

76



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

**CONFIDENTIEL**

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 17/4/07 12:34
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections Equilibrium correction: None
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Molecular delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

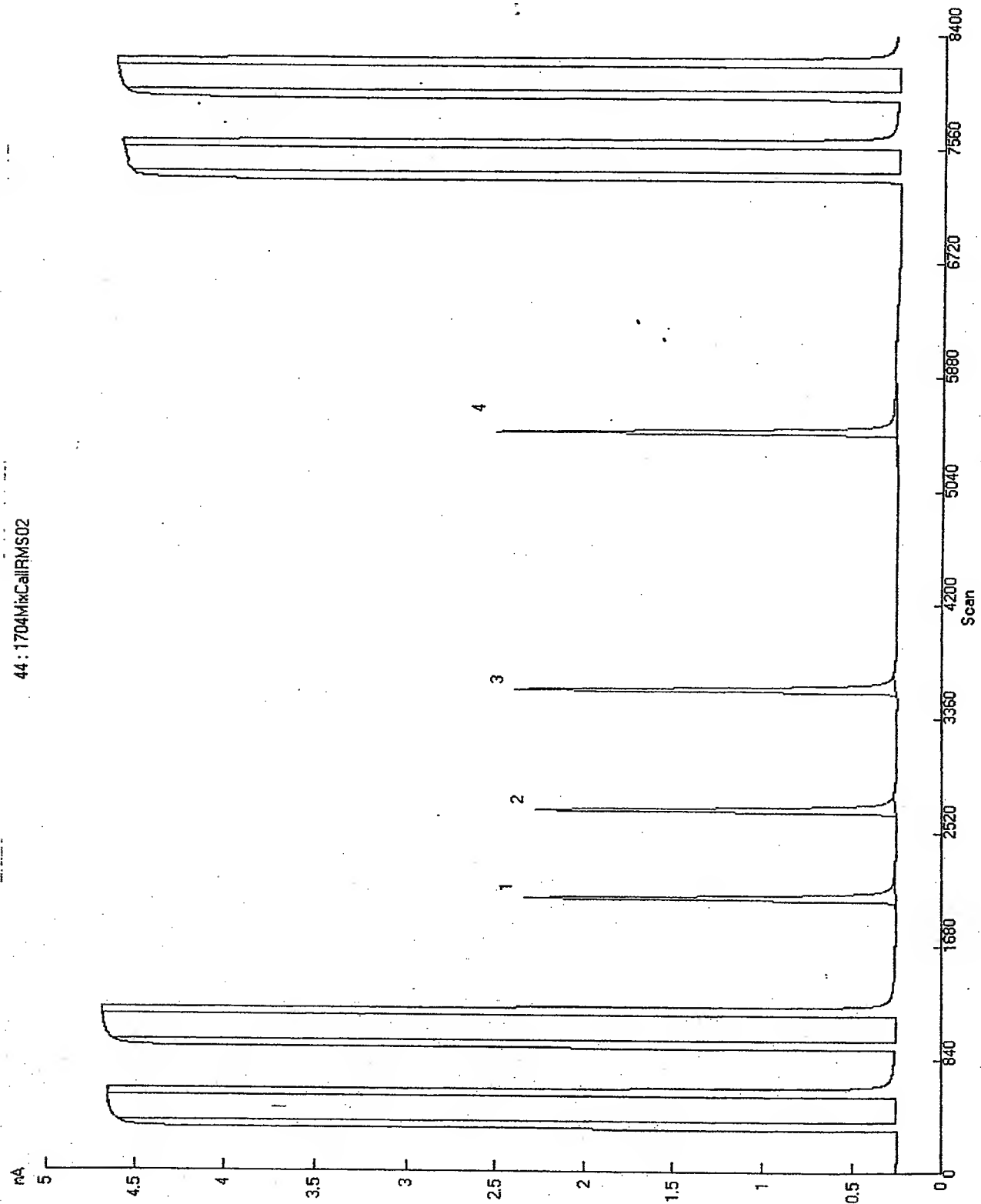
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.39	48.8	1.1681E-02	3.7961E-03
2	4.41	106.7	1.1680E-02	3.7962E-03
7	4.33	747.0	1.1679E-02	3.7936E-03
8	4.37	806.8	1.1679E-02	3.7970E-03

Mean: 1.1680E-02    3.7957E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.46

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	203.0	2.08	6.9249E-09	1.1711E-02	2.60	-32.66	3.6851E-03	-29.22	-48.67	-19.31
2	268.0	2.01	6.8236E-09	1.1764E-02	7.17	-27.93	3.6835E-03	-29.61	-49.06	-19.72
3	357.1	2.14	7.1631E-09	1.1717E-02	3.17	-32.05	3.6823E-03	-29.91	-49.35	-20.01
4	547.5	2.25	7.5129E-09	1.1728E-02	4.13	-31.07	3.6831E-03	-29.63	-49.07	-19.73

44:1704MixCallIRMS02



44

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704MixCalIRMS03.raw	Acquisition Date: 17/4/07 12:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type: -
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -36.3	
Ratio 2: 18O      -20	
Molecular delta	
Label:      Value:	
delta 45      -34.63	
delta 46      -20.06	
wrt: PDB	

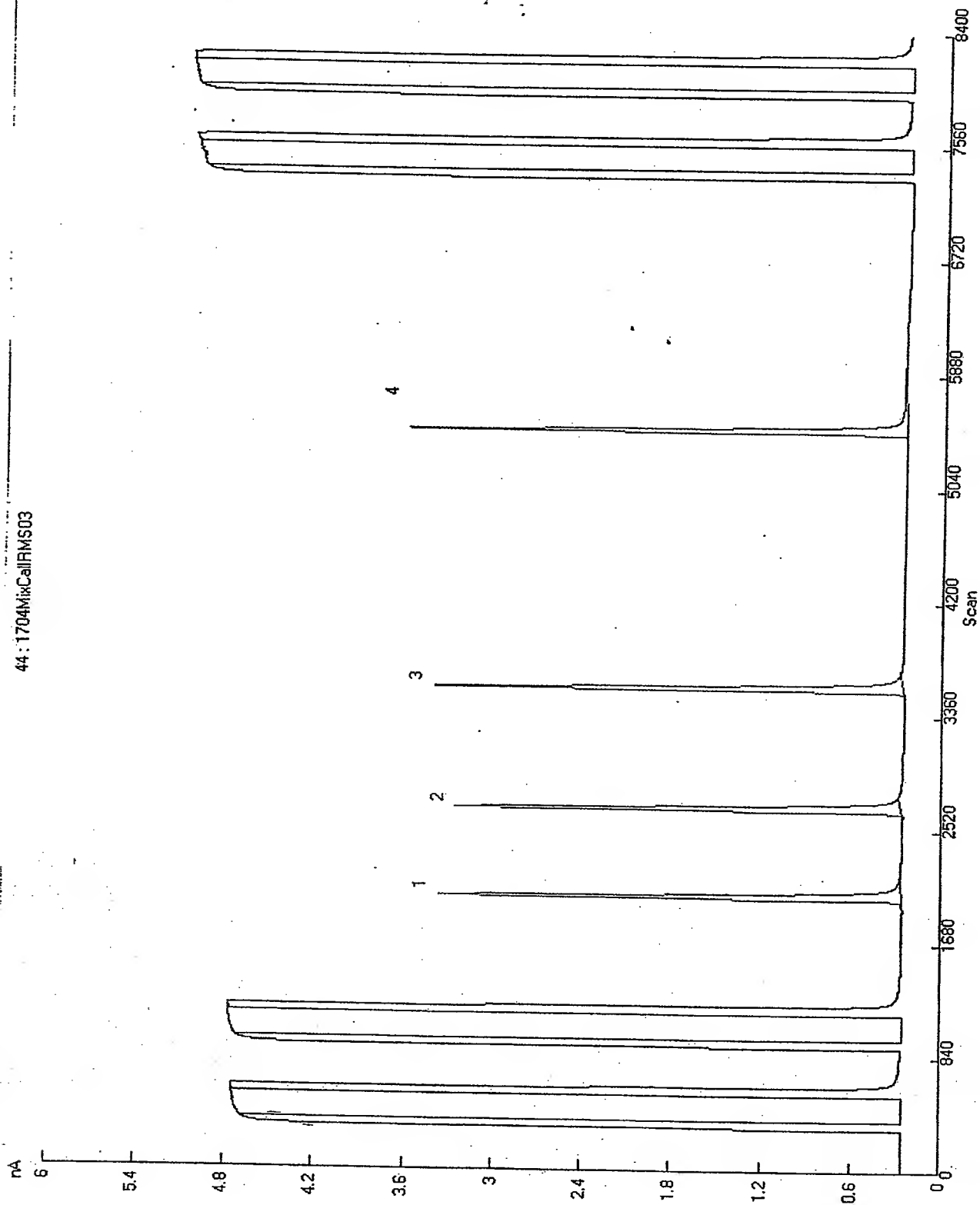
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.47	47.0	1.1680E-02	3.7966E-03
2	4.50	106.9	1.1680E-02	3.7963E-03
7	4.73	747.3	1.1681E-02	3.7943E-03
8	4.81	807.1	1.1680E-02	3.7974E-03

Mean: 1.1680E-02    3.7962E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.42

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	203.0	3.10	1.0292E-08	1.1710E-02	2.54	-32.70	3.6849E-03	-29.37	-48.81	-19.48
2	268.1	3.00	1.0128E-08	1.1762E-02	6.97	-28.13	3.6844E-03	-29.47	-48.93	-19.58
3	357.4	3.14	1.0557E-08	1.1719E-02	3.28	-31.94	3.6840E-03	-29.57	-49.01	-19.67
4	547.7	3.33	1.0917E-08	1.1729E-02	4.20	-31.00	3.6846E-03	-29.37	-48.82	-19.46

44:1704MixCallRMS03



79

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704MixCalIRMS04.raw	Acquisition Date: 17/4/07 13:05
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:			
Ratio 1: 13C	-38.3	Label: delta 45	Value: -34.63	wrt: PDB	
Ratio 2: 18O	-20	Label: delta 46	Value: -20.06	PDB	

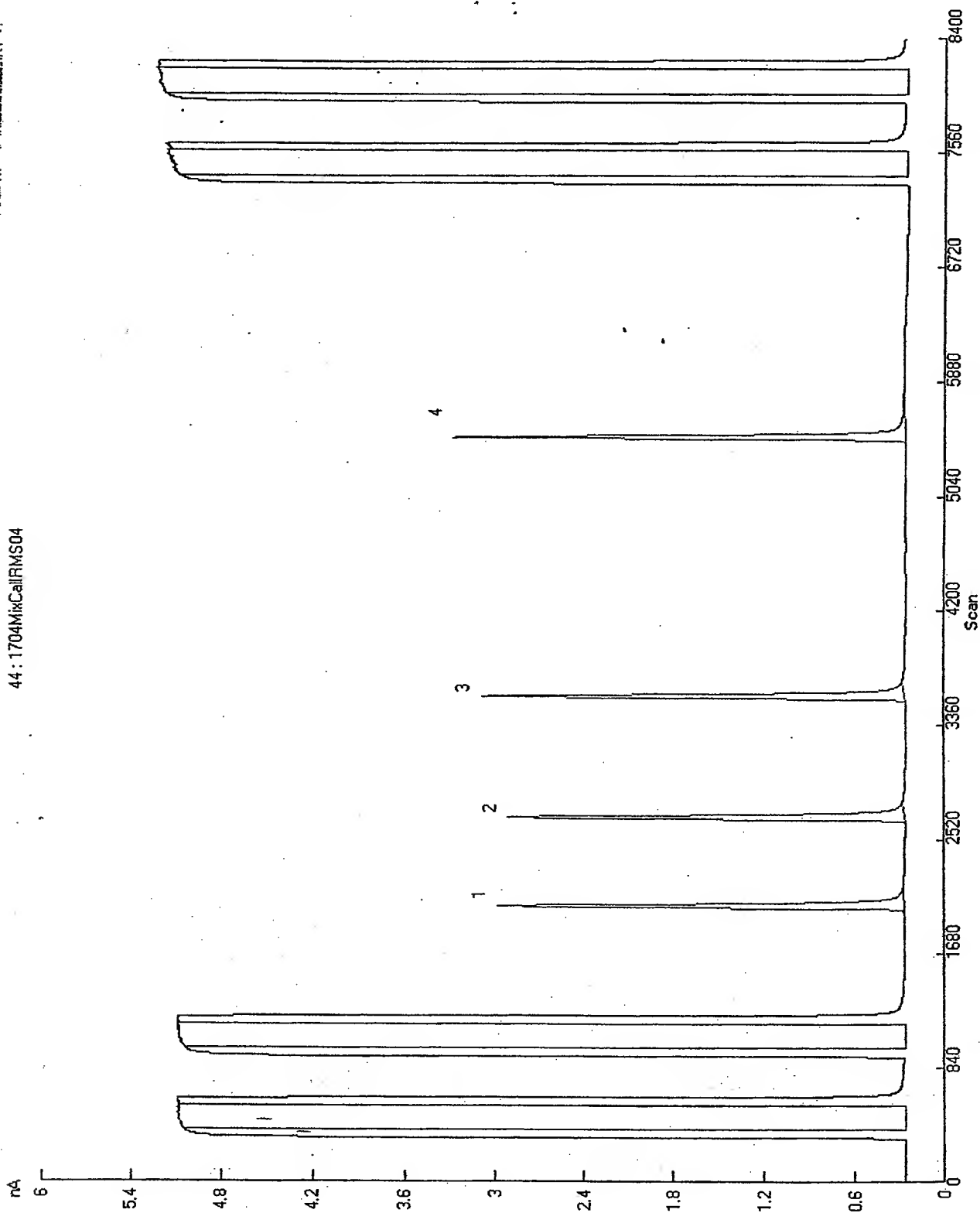
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.82	47.3	1.1680E-02	3.7873E-03
2	4.81	107.2	1.1681E-02	3.7970E-03
7	4.89	747.5	1.1681E-02	3.7853E-03
8	4.97	807.3	1.1681E-02	3.7976E-03

Mean: 1.1681E-02    3.7868E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.31

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.9	2.72	9.4016E-09	1.1711E-02	2.60	-32.64	3.6854E-03	-29.40	-48.85	-19.49
2	268.0	2.85	9.2893E-09	1.1761E-02	6.91	-28.20	3.6851E-03	-29.46	-48.92	-19.57
3	357.3	2.82	9.6322E-09	1.1717E-02	3.11	-32.11	3.6844E-03	-29.63	-49.08	-19.73
4	547.6	3.01	1.0077E-08	1.1728E-02	4.09	-31.10	3.6843E-03	-29.59	-49.04	-19.69

44:1704MixCallRMS04



81

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 17/4/07 14:43
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spj	Injection Volume: 10
Line: 8	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB.251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:			
Ratio 1: 13C	-36.3	Label: delta 45	Value: -34.83	wrt: PDB	
Ratio 2: 18O	-20	Label: delta 46	Value: -20.08	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.99	127.4	1.1684E-02	3.8396E-03
2	5.00	187.2	1.1685E-02	3.8417E-03
3	5.00	247.2	1.1685E-02	3.8427E-03
8	4.73	2427.2	1.1682E-02	3.8377E-03
9	4.74	2487.1	1.1681E-02	3.8380E-03
10	4.83	2547.1	1.1682E-02	3.8377E-03

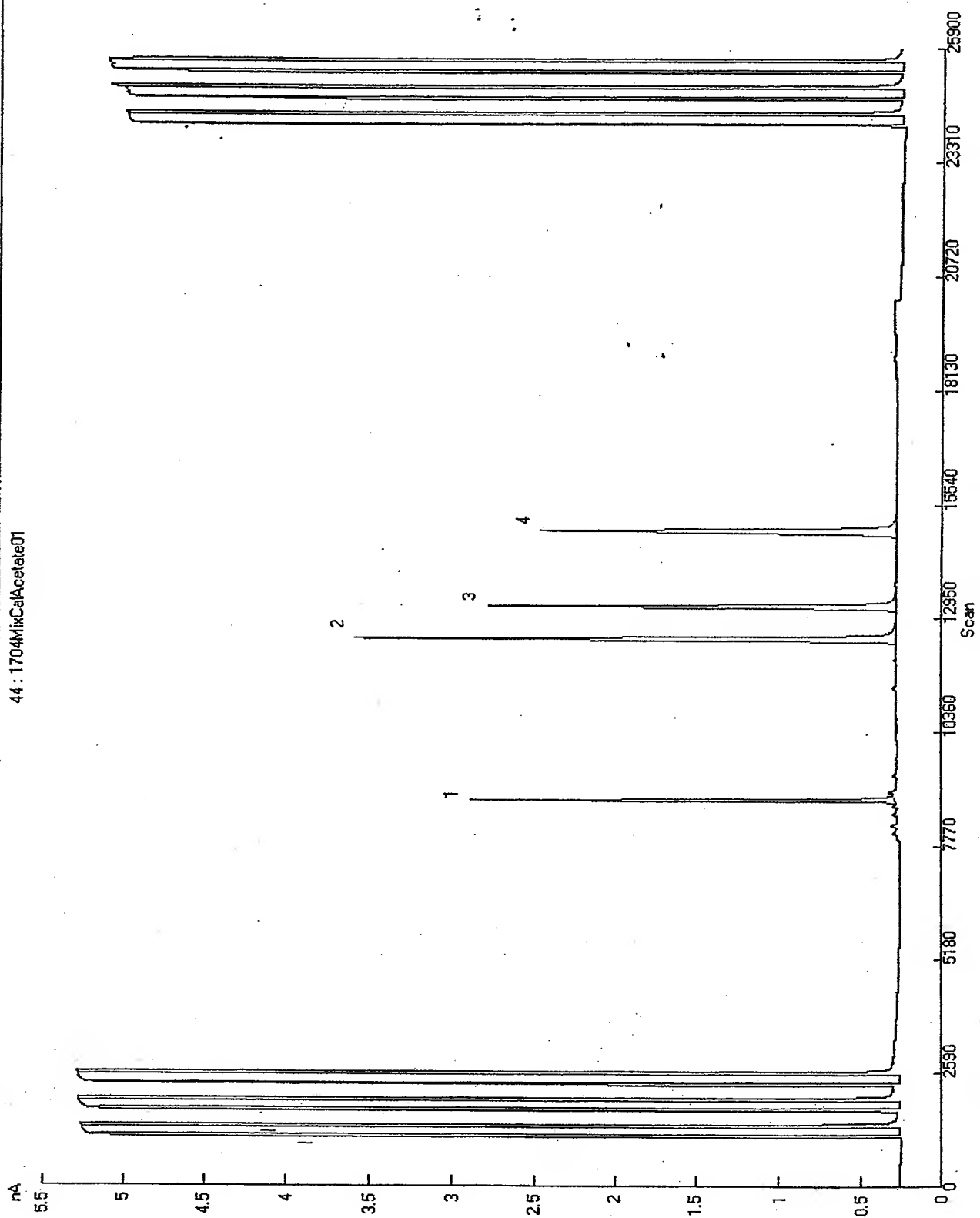
Mean: 1.1683E-02    3.8396E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.31

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.60	1.2356E-08	1.1737E-02	4.56	-30.64	3.7299E-03	-28.75	-48.22	-18.85
2	1249.2	3.30	2.5040E-08	1.1859E-02	15.00	-19.89	3.7306E-03	-28.42	-47.91	-18.53
3	1322.0	2.50	1.9074E-08	1.1700E-02	1.48	-33.84	3.7306E-03	-28.39	-47.86	-18.47
4	1494.8	2.18	2.1228E-08	1.1901E-02	18.63	-16.16	3.7314E-03	-28.12	-47.63	-18.24



44 : 1704MixCalAcetate01



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1704MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 17/4/07 23:24
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1704.spl	Injection Volume: 10
Line: 15	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label:      Value:	Label:      Value:
Ratio 1: 13C      -36.3	delta 45      -34.63
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.06
	wrt: PDB

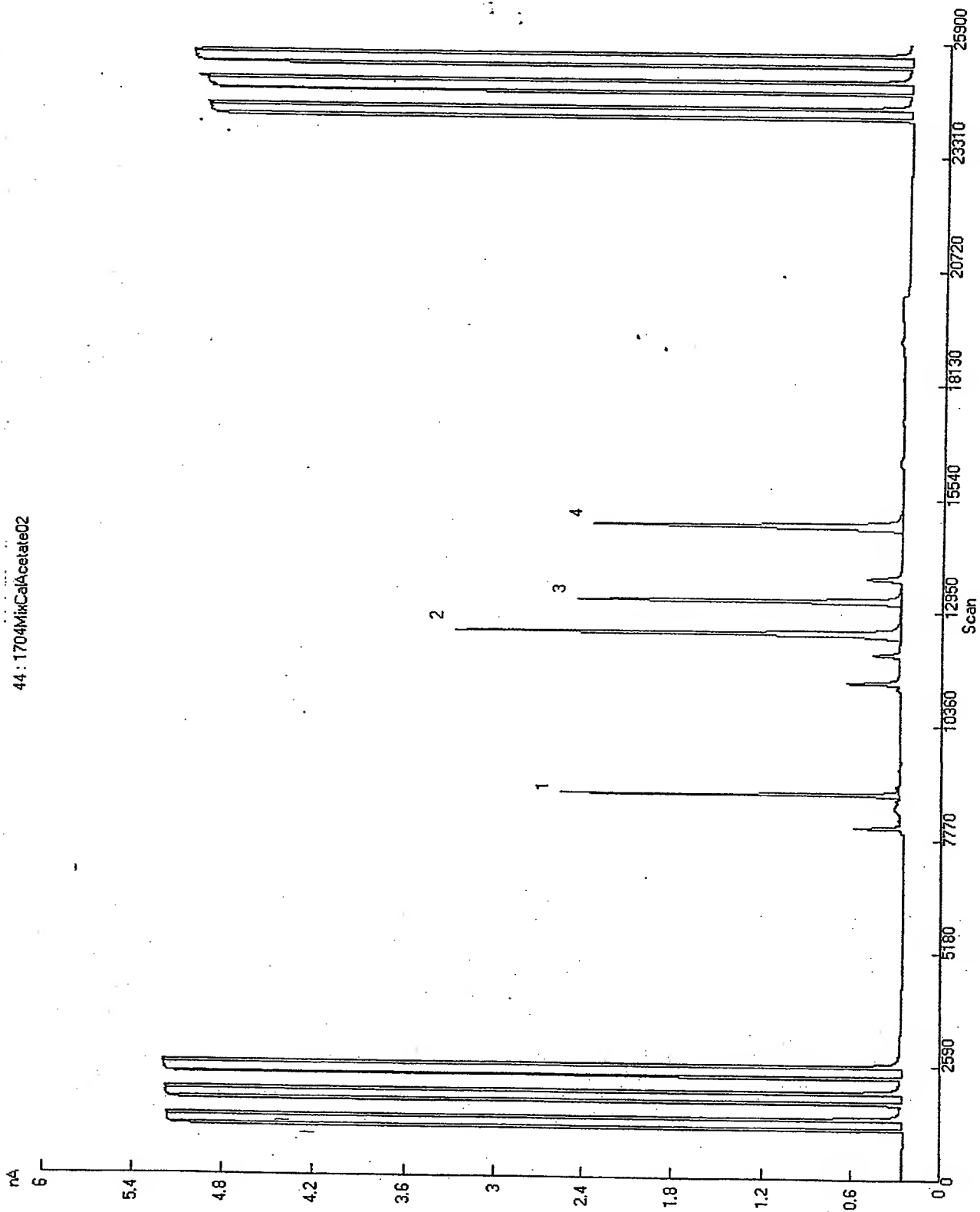
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.90	127.4	1.1679E-02	3.8061E-03
2	4.92	187.2	1.1679E-02	3.8049E-03
3	4.93	247.3	1.1680E-02	3.8040E-03
8	4.71	2427.3	1.1680E-02	3.8013E-03
9	4.72	2487.2	1.1679E-02	3.8022E-03
10	4.81	2547.2	1.1680E-02	3.8042E-03

Mean: 1.1680E-02      3.8038E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02      0.34

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	879.9	2.28	1.0613E-08	1.1733E-02	4.81	-30.55	3.8903E-03	-29.96	-49.40	-20.07
2	1248.2	3.00	2.3746E-08	1.1850E-02	14.57	-20.30	3.6918E-03	-28.45	-48.93	-19.57
3	1320.9	2.17	1.5949E-08	1.1699E-02	1.63	-33.64	3.6914E-03	-29.54	-48.98	-19.63
4	1494.0	2.08	2.0390E-08	1.1892E-02	18.20	-16.55	3.6907E-03	-29.67	-49.15	-19.80

44: 1704MixCalAcetate02



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon :  Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 2  
 Répertoire :  CO et paraphe :  

Valeur isotopique du réactif de dérivation :

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	1704Blu1F1	1704Blu1F1	1704429F1	1704429F1
tr (s)	880	1496	880	1495
trr	-	1,699	-	1,699
Intensité (nA)	2,2	2,7	1,2	2,4
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,65	-24,73	-31,57	-24,36
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-21,79	-	-21,38

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	1704Blu1F2	1704Blu1F2	1704Blu1F2	1704429F2	1704429F2	1704429F2
tr (s)	880	1249	1277	880	1250	1276
trr	-	1,420	1,451	-	1,420	1,450
Intensité (nA)	2,0	3,3	4,0	2,5	3,4	3,4
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,24	-25,53	-24,77	-30,38	-25,88	-25,59
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,67	-21,83	-	-23,06	-22,74

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1704Blu1F3	1704Blu1F3	1704Blu1F3	1704Blu1F3
tr (s)	882	1332	1362	1680
trr	-	1,510	1,544	1,905
Intensité (nA)	5,2	7,7	2,5	4,5
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,69	-27,46	-28,05	-26,73
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-22,15	-22,86	-21,79

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1704429F3	1704429F3	1704429F3	1704429F3
tr (s)	881	1330	1361	1680
trr	-	1,510	1,545	1,907
Intensité (nA)	4,3	7,1	2,8	4,9
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ mesurée	-30,45	-28,45	-31,04	-26,64
$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ corrigée	-	-23,35	-26,48	-21,68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	α	
Etio	-19,56	-26,10	α	
Andro	-18,43	-25,02	α	
5β Adiol	-18,55	-26,97	α	
5α Adiol	-18,59	-27,40	α	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,88	-0,88	-1,68	-2,48
Andro - 11 Kétoétio	-0,04	-0,56	-1,36	-2,16
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,36	-0,87	-1,67	-2,47
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,08	-4,00	-4,80	-5,60

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$   
 $\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode:  $\pm 0,8 \text{‰}$

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

### Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC 31) indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 4,8‰ pour le métabolite 5α-androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

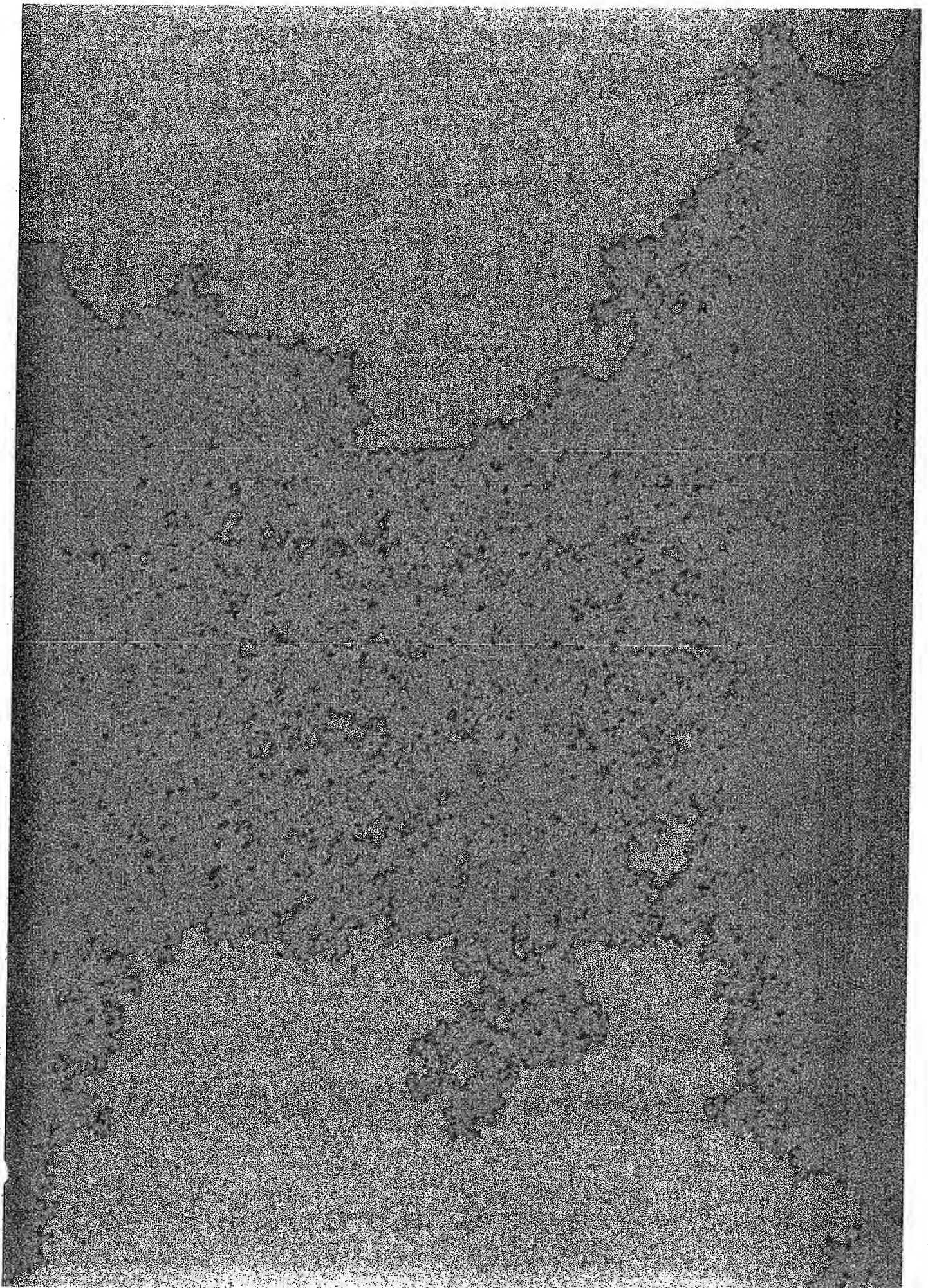
Date et Pâraphe du responsable: 18/04/07  
Observations:



Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

87



Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30207

## RAPPORT D'ANALYSE N° 3

### Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

**Nom du Préleveur :**

Sport : **USADA**  
Épreuve et lieu : **Réanalyse**  
Date : **16/04/2007**

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : **16/04/2007**  
Type de matériel : **Berlinger**  
Nombre d'échantillon(s) : **1 (sur 10 échantillons reçus)**  
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825429**

### Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

**Méthodes d'analyses utilisées :** Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

**Conclusions :** (pH = 5.6 d = 1.023 +/- 0.001)

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 4.8 ‰ pour le métabolite 5 $\alpha$ -Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au critère suivant :

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

**Destinataire :**

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

**Copie :**

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

J. de CÉAURRIZ  
Directeur

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 4 page(s).

88

1/1